



TESIS - SF142502

**PERANAN ZrO_2 TERHADAP PELAPISAN GRAFIT
DENGAN SERBUK TITANIUM MELALUI METODE
PIRAC DAN KETAHANAN OKSIDASINYA PADA
1000°C DI UDARA**

**FARAH AULIA R.
NRP 1114 201 033**

**DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Suasgoro, DEA**

**PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA 2016**



THESIS - SF142502

THE ROLE OF ZrO_2 ON GRAPHITE COATING WITH TITANIUM POWDER VIA PIRAC METHOD AND ITS OXIDATION RESISTANCE ON 1000°C IN AIR

**FARAH AULIA R.
NRP 1114 201 033**

**Supervisor
Prof. Dr. Suasgoro, DEA**

**MAGISTER PROGRAM
MATERIAL SCIENCES
DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUTE OF TECHNOLOGY SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA 2016**

**Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh
gelar
Magister Sains (M.Si)
di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

**Oleh:
Farah Aulia R.
NRP. 1114201033**

**Tanggal Ujian: 22 Juni 2016
Periode Wisuda: September 2016**

Disetujui oleh:

- | | | |
|--|---------------------|---------|
| 1. Prof. Dr. Suasmoro, DEA
NIP. 19550210 198010.1.001 | (Pembimbing) | (.....) |
| 2. Prof. Dr. Darminto, M.Sc
NIP. 19600303 198701.1.002 | (Penguji) | (.....) |
| 3. Prof. Suminar Pratapa, Ph.D
NIP. 19660224 199002.1.001 | (Penguji) | (.....) |



Direktur Program Pascasarjana,

Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc., Ph.D
NIP. 19601202 198701.1.001

PERANAN ZrO_2 TERHADAP PELAPISAN GRAFIT DENGAN SERBUK TITANIUM MELALUI METODE PIRAC DAN KETAHANAN OKSIDASINYA PADA 1000°C DI UDARA

Nama : Farah Aulia R.
NRP : 1114201033
Pembimbing : Prof. Dr. Suasmoro, DEA

ABSTRAK

Kajian peranan ZrO_2 terhadap pelapisan grafit telah dilakukan dengan menggunakan metode PIRAC (*Powder Immersion Reaction Assisted Coating*). Sampel grafit dibenamkan ke dalam campuran serbuk titanium yang mengandung 4wt% yodium dan diproses pada temperatur 950, 900 dan 850°C selama 10 jam dalam atmosfer argon. Pada eksperimen ini dilakukan 2 variasi sampel grafit yaitu dengan dan tanpa dispersi ZrO_2 pada permukaan grafit dan sebagai tambahan, sampel ketiga berupa grafit dengan dispersi tepung tapioka dipermukaannya dilakukan untuk mengetahui pengaruh tepung tapioka dalam pembentukan lapisan. Karakterisasi lapisan yang terbentuk dilakukan dengan difraksi sinar X untuk mengidentifikasi fase dan struktur kristal serta SEM-EDX untuk mengamati topografi dan distribusi elemen. Berdasarkan hasil eksperimen diperoleh bahwa lapisan grafit tanpa dispersi ZrO_2 terdeteksi memiliki fase yang sama dengan lapisan grafit dengan dispersi tepung tapioka yakni TiC; sebagai hasil reaksi karbon dengan titanium. Akan tetapi adanya tepung tapioka di permukaan grafit menyebabkan difusi karbon terhambat sehingga lapisan yang terbentuk sangat tipis. Sedangkan lapisan sampel grafit dengan dispersi ZrO_2 menyebabkan terbentuk lapisan paduan Ti-Zr dikarenakan adanya ion Zr yang reaktif terhadap Ti. Kemudian uji oksidasi pada temperatur 1000°C di udara selama 20 menit menunjukkan bahwa lapisan TiC dan paduan Ti-Zr mengalami oksidasi membentuk TiO_2 (*rutile*). Analisis lebih lanjut, perubahan massa kedua lapisan terhadap waktu oksidasi terjadi secara parabolik. Berdasarkan persamaan $m \approx (Kt)^{1/2}$ dan regresi grafik Δm vs $t^{1/2}$ maka diperoleh besar laju oksidasi lapisan TiC: $k_p = 1,20 \text{ g}^2/\text{s}$, sedangkan laju oksidasi lapisan paduan Ti-Zr: $k_p = 0,87 \text{ g}^2/\text{s}$. Sehingga dapat dikatakan lapisan paduan Ti-Zr memiliki ketahanan oksidasi lebih baik daripada ketahanan oksidasi lapisan TiC.

Kata kunci: difusi, oksidasi, pelapisan grafit, ZrO_2

THE ROLE OF ZrO_2 ON GRAPHITE COATING WITH TITANIUM POWDER VIA PIRAC METHOD AND ITS OXIDATION RESISTANCE ON 1000°C IN AIR

By : Farah Aulia R.
Student Identity Number : 1114201033
Supervisor : Prof. Dr. Suasgoro, DEA

ABSTRACT

Study of the role of ZrO_2 content on graphite coating has been successfully carried out by means PIRAC (Powder Immersion Reaction Assisted Coating) method. Graphite blocks were immersed into a mixed of titanium powder containing 4 wt% iodine and conducted at 950°C , 900°C and 850°C for 10 hours in argon atmosphere. Two different treatments of graphite blocks were carried out; with and without dispersion ZrO_2 in the graphite surface and furthermore, the third sample was graphite with dispersion of starch. Characterizations of coated surface were include X-ray diffraction for phase and crystalline analysis, SEM and EDX analysis to determine the topography and distribution of elements in coated film. For sample without ZrO_2 , as a result of interaction between titanium and graphite, carbon diffusion occurred and TiC coated film were formed. The similar result for sample with dispersant of starch were TiC with a very thin coating thickness caused by diffusion of carbon into the titanium decelerated. Whereas sample with the dispersant of ZrO_2 on the graphite surface caused Zr ion react with Ti, as a result Ti-Zr alloy were formed. Oxidation test at 1000°C in air for 20 minutes showed that both coated film underwent oxidation and the results were TiO_2 (rutile). Further analysis, the oxidation kinetics (k_p) of both coated film can be determined by parabolic law; $\Delta m = (Kt)^{\frac{1}{2}}$ and found that the oxidation kinetics of Ti-Zr alloy coating ($k_p = 0,87 \text{ g}^2/\text{s}$) was slower than the oxidation kinetics of TiC coating ($k_p = 1,20 \text{ g}^2/\text{s}$).

Keywords—diffusion, coating, oxidation, ZrO_2

KATA PENGANTAR



Alhamdulillah robbil'alamin, kami ucapkan kepada Allah SWT karena atas berkah, rahmat, dan petunjukNya yang diberikan kepada kami sehingga dapat menyelesaikan laporan tesis ini dengan sebaik-baiknya. Sholawat dan salam senantiasa kami sampaikan kepada Rasulullah Muhammad SAW yang telah menjadi teladan dan menuntun kami dari zaman kebodohan menuju kebenaran.

Atas izin Allah SWT, kami dapat menyelesaikan Tesis ini dengan judul **“Peranan ZrO_2 terhadap Pelapisan Grafit dengan Serbuk Titanium melalui Metode PIRAC dan Ketahanan Oksidasinya pada $1000^{\circ}C$ di Udara”**, sebagai syarat untuk menyelesaikan Program Magister Jurusan Fisika ITS.

Pembuatan laporan tesis ini juga melibatkan berbagai pihak yang senantiasa membantu secara ilmu, moral dan materi. Keikhlasan dalam membantu kami menyelesaikan laporan ini, semoga mendapatkan balasan yang baik dari Allah SWT. Dengan penuh suka cita, kami sampaikan terima kasih kepada:

1. Orang tua dan keluarga yang telah memberi dukungan semangat, moral maupun materi.
2. Prof. Dr. Suasgoro, DEA sebagai dosen pembimbing yang telah memberikan arahan dan bimbingan dalam penelitian dan penyusunan laporan tesis ini.
3. Prof. Dr. Darminto, M.Sc dan Prof. Suminar Pratapa, Ph.D selaku dosen penguji yang telah memberikan saran yang membangun untuk penyusunan laporan tesis ini.
4. Tim riset di laboratorium keramik, dari S1 hingga S3 yang banyak memberi kontribusi dan diskusi dalam melaksanakan penelitian.

Dalam penyusunan laporan tesis ini kami menyadari bahwa masih banyak kekurangan yang harus diperbaiki. Oleh karena itu, saran dan kritik yang membangun sangat kami harapkan. Diluar kekurangan tersebut, semoga laporan ini dapat menjadi referensi masyarakat luas.

Surabaya, Juli 2016

Farah Aulia R.

DAFTAR ISI

Lembar Pengesahan	i
Abstrak	ii
Abstract	iii
Kata Pengantar	iv
Daftar Isi	v
Daftar Tabel	vii
Daftar Gambar	viii
Daftar Lampiran	x

BAB 1 Pendahuluan

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian	2
1.5 Manfaat Penelitian	3

BAB 2 Tinjauan Pustaka

2.1 Material Dasar	
a. Zirkonium dioksida	5
b. Titanium	6
2.2 Bahan Tahan Panas (Refraktori)	8
2.3 Reaksi Difusional	10
2.4 Oksidasi Titanium Karbida	12

BAB 3 Metodologi Penelitian

3.1 Peralatan dan Bahan	17
3.2 Prosedur Penelitian.....	17
3.3 Metode Karakterisasi	19
3.4 Diagram Alir Penelitian	21

BAB 4 Analisis Data dan Pembahasan

4.1 Analisis Lapisan yang Terbentuk pada Permukaan Grafit.....	23
4.2 Analisis Lapisan dengan Dispersi ZrO_2 pada Permukaan Grafit.....	25
4.3 Analisis Oksidasi Lapisan yang Terbentuk.....	33

BAB 5 Kesimpulan.....	39
------------------------------	-----------

Daftar Pustaka.....	41
----------------------------	-----------

Biografi Penulis	65
-------------------------------	-----------

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Harga-harga nisbah volume oksida yang diproduksi terhadap volume logam yang bereaksi dalam proses pembentukan oksida	13
Tabel 4.1 Parameter kisi dan volume sel TiC yang terbentuk dengan variasi temperatur	24
Tabel 4.2 Parameter kisi dan volume sel Ti dengan variasi temperatur	27
Tabel 4.3 Parameter kisi dan volume sel TiC dari lapisan sampel C dengan variasi temperatur	30
Tabel 4.4 Parameter kisi dan volume sel paduan Ti-Zr dan Ti dari lapisan sampel B yang diproses pada temperatur 900°C selama 30 menit	32
Tabel 4.5 Parameter kisi dan volume sel TiO ₂ untuk sampel A dan sampel B yang teroksidasi pada temperatur 1000°C di udara	34

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Polymorpus ZrO_2	5
Gambar 2.2 Polymorpus titanium.....	7
Gambar 2.3 Temperatur leleh berbagai material refraktori.....	8
Gambar 2.4 Struktur titanium karbida.....	9
Gambar 2.5 Skema PIRAC.....	11
Gambar 2.6 Skema pembentukan lapisan pada proses PIRAC	12
Gambar 2.7 Kaidah laju oksidasi.....	14
Gambar 2.8 Kurva TGA (<i>thermogravimetric analysis</i>) serbuk TiC di udara ...	15
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian yang dilakukan.....	21
Gambar 4.1 Pola difraksi sinar X dengan radiasi $CuK\alpha$ dan hasil identifikasi fase untuk sampel A dengan variasi temperatur proses.....	23
Gambar 4.2 Citra SEM elektron sekunder (penampang melintang) dari sampel A yang diproses pada temperatur: (a.) $950^\circ C$ dan (b.) $850^\circ C$	24
Gambar 4.3 Ilustrasi jarak difusi atom karbon dalam lapisan TiC menuju permukaan.....	25
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar X dengan radiasi $CuK\alpha$ dan hasil identifikasi fase untuk sampel B dengan variasi temperatur proses.	26
Gambar 4.5 Citra SEM elektron sekunder (penampang melintang) dari sampel B yang diproses pada temperatur: (a.) $950^\circ C$; (b.) $900^\circ C$ dan (c.) $850^\circ C$	27
Gambar 4.6 Ketebalan lapisan dari sampel B sebagai fungsi kadar Zr.....	28
Gambar 4.7 Citra SEM elektron sekunder (penampang melintang) dan peta unsur dari Sampel B yang diproses pada temperatur $950^\circ C$	28
Gambar 4.8 Pola difraksi sinar X dengan radiasi $CuK\alpha$ dan hasil identifikasi fase untuk sampel C dengan variasi temperatur proses	29
Gambar 4.9 Citra SEM elektron sekunder (penampang melintang) dari sampel C yang diproses pada temperatur: (a.) $900^\circ C$ dan (b.) $850^\circ C$	31
Gambar 4.10 Pola difraksi sinar X dengan radiasi $CuK\alpha$ dan hasil identifikasi fase untuk sampel B yang diproses pada temperatur $900^\circ C$	

selama 30 menit.....	31
Gambar 4.11 Pola difraksi sinar X dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ dan hasil identifikasi fase lapisan teroksidasi untuk sampel A dan sampel B pada temperatur 1000°C di udara.....	33
Gambar 4.12 Citra SEM elektron <i>backscattered</i> (penampang melintang): (a.) sampel A dan (b.) sampel B yang teroksidasi pada temperatur 1000°C di udara	35
Gambar 4.13 Citra SEM elektron <i>backscattered</i> (penampang melintang) lapisan TiC yang teroksidasi pada temperatur 980°C di udara selama 4 menit.....	35
Gambar 4.14 Perubahan massa sampel A dan sampel B sebagai fungsi waktu oksidasi.....	36
Gambar 4.15 Perubahan massa sampel A dan sampel B sebagai fungsi akar waktu oksidasi	36

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Perhitungan Kadar Zr dalam Lapisan	45
Lampiran B Model Pertumbuhan Lapisan Oksida	49
Lampiran C Data COD (Crystallography <i>Open Database</i>) Sampel	53
Lampiran D Hasil Analisis <i>Refinement</i> Rietveld dengan Rietica.....	57

~~Halaman ini sengaja dikosongkan~~

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Material grafit memiliki ketahanan panas yang sangat baik, yakni dapat bertahan sampai 3700°C sebelum menyublim (Aliprandi, 1979). Sifat tahan panas ini (*refractory*) banyak dimanfaatkan dalam bidang industri, untuk reaktor nuklir dan pembuatan roket. Akan tetapi pada kenyataannya, material grafit sangat mudah mengalami oksidasi pada temperatur tinggi (>400°C) dalam lingkungan yang mengandung oksigen maupun *chlor* (Becker et al., 2010) dan sangat mudah tererosi (kekerasannya 1-2 skala mohs). Oleh karena itu untuk mereduksi aspek erosi pada grafit dapat dilakukan proses pelapisan dengan menggunakan material refraktori yang mempunyai ketahanan panas hingga 3000°C dan ketahanan terhadap goresan.

Material refraktori yang mungkin dijadikan sebagai pelapis grafit adalah jenis karbida. Titanium karbida (TiC) merupakan material yang cocok sebagai pelapis grafit dikarenakan mempunyai titik leleh yang tinggi (>3000°C) dan kekerasan mencapai 9,5 dalam skala mohs (Pierson, 1996). Pelapisan grafit dengan TiC telah dilakukan dengan metode PIRAC (*Powder Immersion Reaction Assisted Coating*) (Yin et al., 2005). Pelapisan ini telah berhasil dilakukan dalam proses vakum dengan penambahan yodium ke dalam serbuk titanium. Ketebalan lapisan TiC yang terbentuk dipengaruhi oleh lama waktu tahan selama proses perlakuan panas. Pembentukan TiC di atas permukaan grafit juga telah dilakukan dalam variasi atmosfer argon dan atmosfer nitrogen. Berdasarkan eksperimen tersebut, dilaporkan bahwa pembentukan lapisan TiC secara optimal terjadi saat diproses dalam atmosfer argon (Suasmoro et al., 2012).

Meskipun secara teoritik pembentukan TiC secara difusional menghasilkan lapisan yang memiliki ikatan yang kuat, akan tetapi berdasarkan kajian awal lapisan TiC dapat teroksidasi pada temperatur 980°C di udara. Lapisan TiC yang teroksidasi ini membentuk TiO₂ dan pada saat lebih dari 12 menit, oksidasi telah mencapai substrat grafit (Agustinawati and Suasmoro, 2014).

Oleh karena itu, untuk memperbaiki sifat lapisan agar memiliki ketahanan oksida yang baik maka dalam eksperimen ini dilakukan penambahan serbuk ZrO_2 . Material ZrO_2 memiliki titik leleh hingga 2677°C (Chiang et al., 1997), sehingga penambahan serbuk ZrO_2 diharapkan dapat meningkatkan kemampuan lapisan bekerja pada temperatur yang sangat tinggi.

Dalam penelitian ini akan dilakukan proses pembentukan lapisan dengan adanya penambahan ZrO_2 pada permukaan grafit sebelum proses perlakuan panas terhadap lapisan yang terbentuk melalui proses difusional. Metode yang digunakan adalah metode PIRAC yaitu dengan membenamkan sampel ke dalam serbuk campuran titanium-yodium di dalam tabung reaktor *stainless steel* dengan atmosfer argon. Selain itu, akan dilaporkan uji oksidasi masing-masing lapisan yang terbentuk.

1.2 Rumusan Permasalahan

Permasalahan pada penelitian ini antara lain:

- a. Bagaimanakah peranan ZrO_2 dalam proses pelapisan grafit dengan serbuk titanium melalui Metode PIRAC.
- b. Bagaimanakah ketahanan oksidasi masing-masing lapisan yang terbentuk.

1.3 Batasan Masalah

Untuk mendapatkan hasil akhir yang baik dan sesuai dengan yang diinginkan serta tidak menyimpang dari permasalahan yang ditinjau, maka batasan masalah pada penelitian ini sebagai berikut:

- a. Atmosfer pemanasan dianggap homogen.
- b. Proses pelapisan dengan parameter konstan.
- c. Unsur pengotor dan faktor lingkungan dianggap tidak berpengaruh.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini antara lain:

- a. Untuk mengetahui peranan ZrO_2 dalam proses pelapisan grafit dengan serbuk titanium melalui metode PIRAC.
- b. Untuk mengetahui ketahanan oksidasi masing-masing lapisan yang terbentuk.

1.5 Manfaat penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang peranan ZrO_2 dalam proses pelapisan grafit dengan serbuk titanium melalui Metode PIRAC serta informasi mengenai ketahanan oksidasi masing-masing lapisan yang terbentuk.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

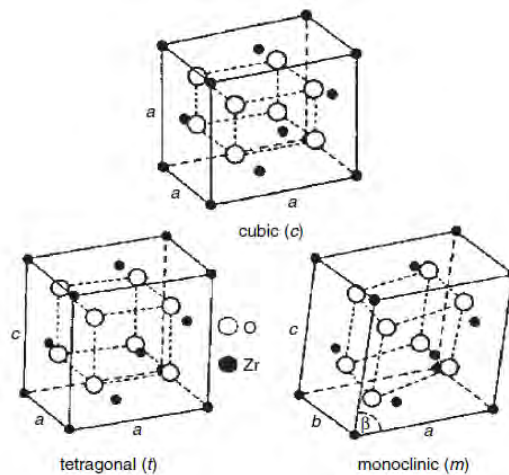
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Material Dasar

a. Zirkonium dioksida

Material ZrO_2 dapat ditemukan dalam tiga struktur kristal yaitu monoklinik, tetragonal dan kubik. Transformasi antara fase yang berbeda dalam sistem dapat terjadi oleh perpindahan atom secara sederhana yang disebut sebagai *displacive transformation*. Transformasi fase lain melibatkan kerusakan ikatan dan penyusunan ulang yang dikenal sebagai transformasi rekonstruktif (Chiang et al., 1997). Struktur stabil monoklinik berada pada temperatur ruang dan 1170°C . Struktur tetragonal adalah stabil pada saat diatas 2379°C dan dibawah temperatur 2379°C struktur yang stabil adalah kubik. Gambar 2.1 menunjukkan struktur ZrO_2 . Seringkali pada ZrO_2 , terjadi retak dan patah pada saat perubahan fasa, terutama ketika terjadinya transisi ke struktur tetragonal dari struktur monoklinik akibat pengaruh perubahan volume (Ciniviz et al., 2012).



Gambar 2.1 Polymorpus ZrO_2 yaitu kubik, tetragonal dan monoklinik (Sumber: (Basu and Kantesh, 2011))

Zirkonium dioksida merupakan material yang mempunyai peran yang sangat strategis dalam berbagai industri dan pemakaian zirkonium saat ini masih relatif sedikit. Pada bidang mekanik/otomotif dan elektrik, material refraktori ini termasuk salah satu jenis dari keramik yang aplikasinya sangat luas. Material

berbasis ZrO_2 dengan struktur nanokristal yang mempunyai ketahanan oksidasi lebih tinggi dibandingkan dengan fasa amorf maupun kuasikristalnya. Berikut karakteristik zirkonium oksida.

Massa molar	: 123,218 g/mol
Densitas	: 5,6 g/cm ³
Titik lebur	: 2700°C
Kekerasan	: 1200 kg/mm ²
Kekuatan	: 113-130 MPa
Modulus Elastisitas	: 17-25 GPa
<i>Fracture Toughness</i>	: 6-9 MPa·m ^{1/2}
Warna	: Putih
Struktur kristal	: Monoklinik, tetragonal, kubik

(Sumber: Ciniviz et al., 2012)

b. Titanium

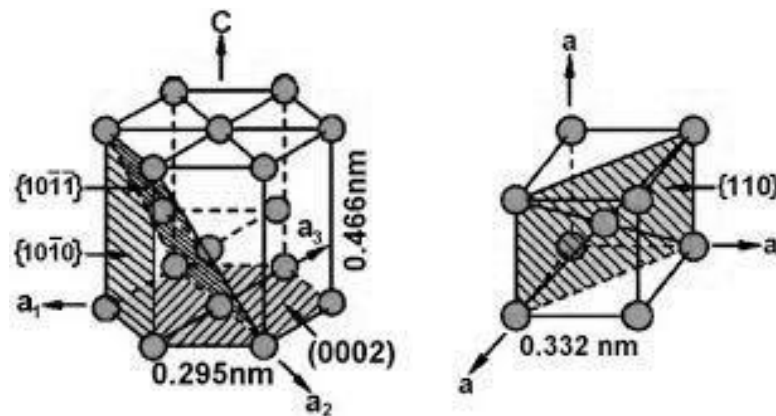
Titanium memiliki ketahanan yang istimewa terhadap korosi atmosfer, baik di lingkungan laut maupun di kawasan industri dan terhadap korosi erosi di air tawar serta air laut pada temperatur lingkungan normal. Titanium dan paduan titanium mempunyai daya tahan yang paling baik terhadap korosi di banyak lingkungan. Titanium digunakan secara luas untuk keperluan militer dan industri-industri wahana antariksa, pesawat terbang, instalasi nuklir, bahan kimia dan minyak. Titanium merupakan salah satu unsur logam yang tersedia dalam jumlah berlimpah di kerak bumi, akan tetapi energi yang dibutuhkan untuk memisahkan dari bijihnya juga sangat besar (Trethewey and Chamberlain, 1991). Berikut merupakan karakteristik logam titanium.

Fasa	: Padat
Massa jenis	: 4,506 g/cm ³ (suhu kamar)
Titik lebur	: 1668°C
Titik didih	: 3287°C
Modulus Young	: 116 GPa
Kekerasan	: 6 Mohs
Vickers hardness	: 830–3420 MPa
Konduktivitas termal (300 K)	: 21,9 W/(m·K)
Penampilan	: Logam perak metalik

(Sumber: <https://en.wikipedia.org/wiki/Titanium>)

Titanium menunjukkan transformasi alotropik pada temperatur sekitar 883°C, berubah dari fasa α yang mempunyai struktur heksagonal tumpukan rapat

(*Hexagonal Close-Packed*) ke fase β dengan kisi kubus pusat ruang (*Body-Centered Cubic*) (Gambar 2.2). Titanium juga menunjukkan fase metastabil yang bergantung pada kondisi proses, sebagai fase martensit heksagonal α' dan fase ortorombik α'' (Correa et al., 2014). Penambahan unsur paduan, yang cenderung memantapkan salah satu dari kedua fase itu pada temperatur kamar, terutama dimaksudkan untuk mengubah sifat-sifat mekanik dan fisik logam, tetapi perubahan struktur yang terjadi juga mengubah perilaku korosinya. Aluminium dan timah adalah pemantap α , sedangkan vanadium, molibdenum, kromium dan tembaga adalah pemantap β . Biasanya, paduan-paduan α/β dan β mempunyai sifat mekanik yang sangat baik tetapi agak buruk ketahanan korosi umumnya dibanding paduan-paduan α (Trethewey and Chamberlain, 1991).

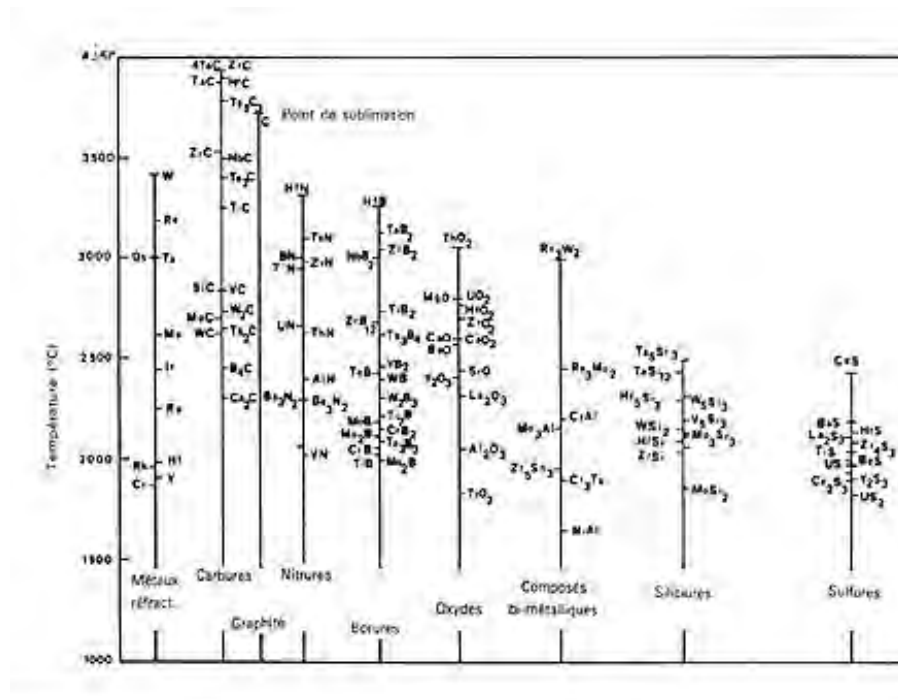


Gambar 2.2 Polymorpus titanium yaitu HCP (*Hexagonal Close-Packed*) dan BCC (*Body-Centered Cubic*).

Kenyataannya, titanium adalah logam yang sangat aktif, sedangkan ketahanannya yang luar biasa terhadap korosi dalam berbagai temperatur dan dalam berbagai lingkungan disebabkan oleh terbentuknya selaput oksida tipis yang melekat erat, asalkan selaput itu tidak rusak. Selaput-selaput yang terbentuk tanpa air di udara yang mengandung oksida kuat seringkali tidak protektif dan mungkin bahkan menimbulkan reaksi-reaksi piroforik. Klorin kering akan menyerang titanium, tetapi logam ini tahan terhadap klorin yang mengandung lebih dari 0,01 persen air. Selaput oksida yang hampir selalu ada pada titanium dan paduan-paduannya di udara menampilkan warna-warni yang sangat menarik, warna-warna itu tergantung pada tebal selaput (Trethewey and Chamberlain, 1991).

2.2 Bahan Tahan Panas (Refraktori)

Bahan tahan panas (refraktori) merupakan material yang memiliki titik lebur tinggi, sekitar $>1800^{\circ}\text{C}$ dan memiliki stabilitas kimia yang tinggi (Pierson, 1996). Material ini merupakan salah satu jenis keramik yang memiliki kemampuan untuk mempertahankan kondisinya baik secara fisik maupun kimia pada kondisi temperatur yang relatif tinggi tanpa mengalami deformasi (Nugroho and Umardhani, 2011). Secara umum berdasarkan komposisi kimianya, bahan tahan panas (refraktori) terdiri dari 3 yaitu pertama refraktori netral asam, yang termasuk dalam senyawa ini antara lain silika dan alumina. Kedua refraktori netral, contoh umum dari material ini antara lain Cr_2O_3 dan karbon. Ketiga refraktori basa, contoh dari material ini adalah MgO (<https://en.wikipedia.org/wiki/Refractory>).

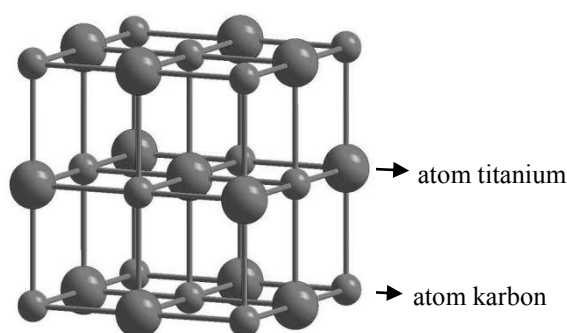


Gambar 2.3 Temperatur leleh berbagai material refraktori (Sumber: Aliprandi, 1979).

Material yang termasuk ke dalam bahan tahan panas (refraktori) ditunjukkan pada Gambar 2.3. Berdasarkan gambar tersebut, terlihat bahwa titik leleh tertinggi dimiliki oleh material dari golongan karbon. Pada eksperimen ini akan dipelajari lebih jauh mengenai TiC.

Titanium karbida merupakan jenis karbida interstitial. Struktur interstitial me-

rupakan ion atau atom dari elemen non metal misalnya karbon untuk menempati celah interstitial dalam kisi logam. Batas maksimum rasio jari-jari antara atom karbon dan metal sebesar 0,59. Titanium memiliki struktur BCC (*Body Centre Cubic*) pada temperatur yang sangat tinggi ($>880^{\circ}\text{C}$) dengan parameter kisi: $a_0 = 0,3307 \text{ nm}$ (Pierson, 1996). Berdasarkan struktur tersebut, titanium memiliki situs oktahedral yang menyediakan celah untuk atom karbon sehingga terbentuk karbida interstitial yaitu titanium karbida. Titanium karbida mempunyai struktur kubik *close packed*, seperti ditunjukkan Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur titanium karbida, Kubik *Close Packed* (Sumber: Chen, 2013).

Ikatan atom dalam pembentukan karbida dikombinasikan 3 tipe ikatan yaitu ionik, kovalen dan metal. Titanium karbida merupakan karbida dari golongan IV yang memiliki titik leleh lebih tinggi dibandingkan host-metalnya (titanium). Dianggap bahwa kekuatan ikatan atom ini sebagai ukuran titik leleh. Dalam grup IV, antar atom metal memiliki ikatan yang lemah, sedangkan ikatan antar atom karbon dan metal memiliki ikatan yang kuat. Oleh karena itu, titanium karbida yang memiliki struktur kubik *close packed* akan memiliki ikatan metal-karbon yang kuat sehingga memiliki titik leleh yang tinggi. Berikut merupakan karakteristik dan sifat titanium karbida.

Struktur	:	Kubik <i>close packed</i>
Parameter kisi	:	0,4328 nm
<i>Space group</i>	:	<i>Fm3m</i>
Berat molekul	:	59,91 g/mol
Titik leleh	:	3067°C
Konduktivitas termal	:	$2 \text{ W/m}^{\circ}\text{C}$
Vickers hardness	:	28-35 GPa

Modulus elastisitas	:	410-510 GPa
Warna	:	Abu-abu silver

(Sumber: Pierson, 1996)

Selain itu, karakteristik titanium karbida adalah sifat tahan korosi, sifat kimia dan ketahanan fisik yang baik dalam lingkungan yang berat, sehingga TiC ini banyak dimanfaatkan antara lain sebagai bahan pelapis reaktor nuklir, teknologi roket ataupun dalam bidang industri sebagai alat pemotong (Pierson, 1996).

Serbuk titanium karbida diperoleh dari reaksi antara TiO₂ dengan karbon pada temperatur 2000°C atau lebih dalam atmosfer hydrogen (Pierson, 1996). Sedangkan proses pelapisan TiC dapat dilakukan dengan beberapa metode antara lain: *ion plating* (Kobayashi and Doi, 1978), *PVD (Photochemical Vapor Deposition)* (Motojima and Mizatani, 1990), *laser deposition* (Suda et al., 2000), *CVD (Chemical Vapor Deposition)* (López-Romero and Chávez-Ramírez, 2007), *Radio Frequency Magnetron Sputtering* (Qi et al., 2012), *Mechanical Milling* (Saba et al., 2013) dan *PIRAC (Powder Immersion Reaction Assisted Coating)* (Yin et al., 2005).

2.3 Reaksi Difusional

Banyak reaksi dan proses penting dalam perlakuan material megandalkan transfer massa dari gas, cair atau fase padat lain. Hal ini dapat terjadi dengan proses difusi, yaitu fenomena transport material oleh pergerakan atomik. Dalam pandangan atomik, difusi merupakan tahapan perpindahan tempat atom dari suatu kisi ke kisi yang lain (Callister and Rethwisch, 2001). Difusi dalam material merupakan hasil dari gradien konsentrasi dalam hukum I Fick (dalam 1 dimensi), yang dapat dinyatakan:

$$\hat{J}_i = -\hat{D}_i \frac{\partial C_i}{\partial x} \dots (2.1)$$

Dimana: \hat{J}_i = perubahan interdifusi (mol/m²s), C_i = konsentrasi atom (mol/m³) dan \hat{D}_i = koefisien interdifusi (m²/s).

Adapun faktor yang mempengaruhi terjadinya difusi, antara lain:

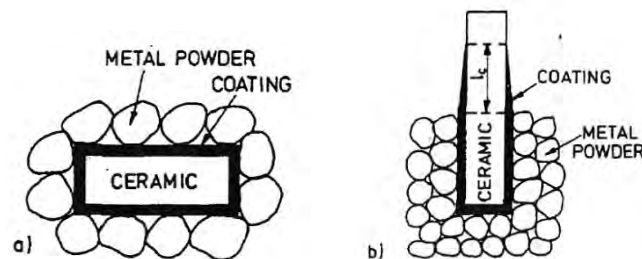
1. Jenis difusi, besarnya koefisien difusi menunjukkan laju dari atom yang berdifusi. Jenis difusi dari host material dipengaruhi koefisien difusi.

2. Temperatur berpengaruh terhadap koefisien dan laju difusi. Secara matematis, dapat dituliskan:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_d}{RT}\right) \dots (2.2)$$

Dimana: D = koefisien difusi (m^2/s); D_0 = koefisien difusi tidak bergantung temperatur (m^2/s); Q_d = energi aktivasi untuk difusi (J/mol ; cal/mol atau eV/atom), energi aktivasi merupakan energi yang diperlukan 1 atom untuk berdifusi; R = konstanta gas ($8,31 \text{ J/mol.K}$; $1,987 \text{ cal/mol.K}$ atau $8,62 \times 10^{-5} \text{ eV/atom.K}$); T = Temperatur absolut (K) (Callister and Rethwisch, 2001).

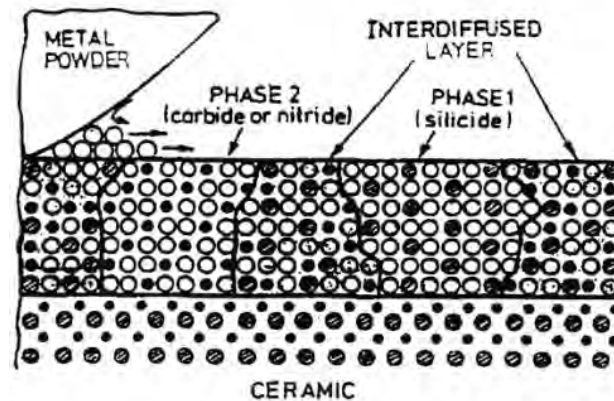
Salah satu metode yang menggunakan prinsip difusional adalah metode PIRAC (*Powder Immersion Reaction Assisted Coating*). Metode PIRAC dilakukan oleh Gutmanas et al., 1992 dengan membenamkan Si_3N_4 , SiC dan grafit dalam serbuk logam yang memiliki afinitas tinggi untuk nitrogen atau karbon seperti Cr, V dan Ti yang kemudian bereaksi dengan metal tersebut pada temperatur 1123-1573 K dan membentuk silika oksida, nitrida atau karbida. Skema PIRAC ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Skema dari lapisan non oksida keramik oleh reaksi serbuk metal. (a) sampel keramik dibenamkan ke dalam serbuk metal; (b) sampel keramik dibenamkan secara parsial (Gutmanas et al., 1992).

Mekanisme pembentukan lapisan pada metode PIRAC dideskripsikan seperti terlihat pada Gambar 2.6. Pertama, metal ditransfer dari serbuk menuju ke permukaan keramik. Proses transport utama oleh difusi atom metal sepanjang permukaan keramik akan tetapi juga melalui fase uap dari metal. Ketika atom metal mencapai substrat, terjadi interdifusi dan pencampuran antar atom metal dan keramik. Sampel keramik seluruhnya dibenamkan ke dalam serbuk metal dengan jarak difusi permukaan yang pendek (kira-kira $5\mu\text{m}$ untuk partikel serbuk dengan ukuran lebih dari $10\mu\text{m}$). Selanjutnya, ketika lapisan interdifusi metal-substrat

keramik cukup tebal, pengintian dari fase baru (nitrida atau karbida) terjadi. Fase baru ini terlihat seperti lapisan tipis yang menyambung bagian dari inti diskrit yang terdistribusi sepanjang permukaan keramik. Kemudian, pertumbuhan lapisan ditentukan oleh difusi metal ke arah permukaan lapisan keramik dan nitrogen atau karbon ke arah permukaan lapisan (Gutmanas et al., 1992).



Gambar 2.6 Skema pembentukan lapisan pada proses PIRAC (Gutmanas et al., 1992).

Metode PIRAC selanjutnya dilakukan oleh Yin et al., 2005 dengan proses substrat grafit dibenamkan ke dalam campuran titanium dan yodium dalam wadah tertutup *stainless steel high-chromium*. Pada proses ini, tekanan yang digunakan sangat rendah tidak melebihi 10^{-5} Pa (10^{-7} Torr) dan dilakukan dengan variasi temperatur 800–1000°C dalam furnace. Kristal yodium ditambahkan ke dalam serbuk titanium dengan tujuan untuk mempercepat pemindahan atom titanium ke dalam substrat grafit sehingga terbentuk lapisan titanium karbida. Hal ini dikarenakan adanya yodium, atom titanium mencapai permukaan lapisan dalam bentuk gas titanium-yodium sebagai transport reaksi. Sebelum dibenamkan dalam campuran serbuk titanium-yodium, grafit terlebih dahulu lapsi Y_2O_3 sebagai penanda reaksi. Berdasarkan eksperimen yang telah dilakukan, penanda Y_2O_3 berada pada permukaan grafit di bawah permukaan lapisan. Hal ini menunjukkan bahwa pertumbuhan lapisan PIRAC ditentukan oleh difusi karbon.

2.4 Oksidasi Titanium Karbida

Korosi pada permukaan logam ternyata masih dapat terjadi meskipun elektrolit cair tidak ada, proses tersebut sering disebut korosi kering. Proses korosi

kering yang paling nyata adalah reaksi logam dengan oksigen di udara. Walaupun nitrogen menjadi unsur utama yang membentuk udara, perannya tidak penting ketika logam dipanaskan di udara, karena pengaruh oksigen lebih dominan. Pada temperatur tinggi, nitrogen memang bereaksi dengan kromium, aluminium, titanium, molibdenum dan tungsten. Laju oksidasi tergantung pada beberapa faktor antara lain:

- a. Laju difusi reaktan melalui selaput oksida.
- b. Laju pemasukan oksigen ke permukaan luar oksida.
- c. Nisbah volume molar oksida terhadap logam.

Proses dengan laju paling lambat pada setiap temperatur merupakan laju yang mengendalikan korosi. Pada umumnya, laju korosi akan menurun begitu selaput oksida menebal (Trethewey and Chamberlain, 1991).

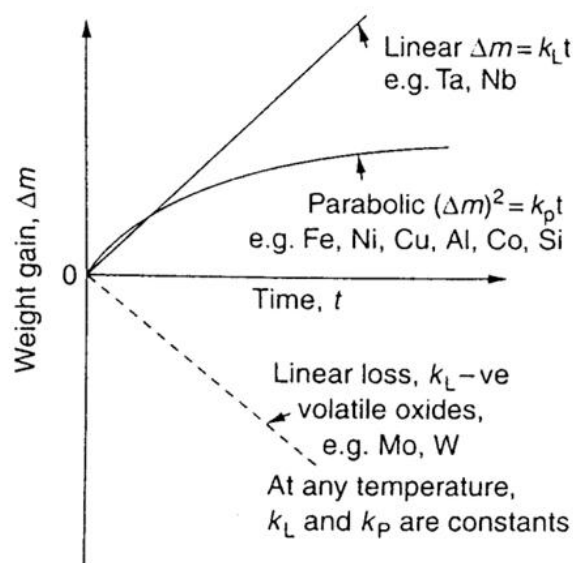
Nisbah molar volume oksida yang terbentuk terhadap volume logam yang bereaksi karena memproduksi oksida merupakan faktor penting dalam menentukan laju korosi untuk rentang waktu yang lama. Jika M adalah massa molekul oksida yang kerapatannya D , maka volume yang ditempati oleh satu mol oksida itu adalah M/D . Jika m adalah massa logam dalam massa M oksidasi dan kerapatannya d , maka volume logam yang telah berubah menjadi oksida adalah m/d . Tabel 2.1 menampilkan nisbah-nisbah $(M/D)+(m/d)$ untuk sejumlah logam. Apabila volume oksida lebih kecil ketimbang logam, menjadi $Md/md < 1$, seperti pada litium, kalsium, dan magnesium maka oksida akan terenggang pada permukaan logam sehingga selaput itu berpori dan tidak berfungsi sebagai pelindung. Proses oksidasi terus berjalan dengan laju linier terhadap waktu. Jika volume oksida lebih besar dari volume logam asalnya yaitu $Md/md > 1$ maka oksida itu sinambung dan berfungsi sebagai pelindung (Trethewey and Chamberlain, 1991).

Tabel 2.1 Harga-harga nisbah volume oksida yang diproduksi terhadap volume logam yang bereaksi dalam proses pembentukan oksida.

Logam	Li	Ca	Mg	Al	Ni	Zr	Cu
Md/md	0,57	0,64	0,81	1,28	1,52	1,56	1,68
Logam	Ti	Fe	U	Cr	Mo	W	
Md/md	1,73	1,77	1,94	1,99	3,24	3,35	

(Sumber: Trethewey and Chamberlain, 1991)

Oksidasi logam yang membentuk lapisan oksida mantap berlangsung disertai peningkatan berat sampel. Mekanisme oksidasi telah didapatkan dari penelitian-penelitian penambahan berat yang tergantung pada waktu laju penebalan lapisan pada dasarnya dapat dibagi kedalam tiga kategori (Gambar 2.7). Pada gambar tersebut tampak hilangnya berat sejalan dengan waktu oksidasi apabila oksida mudah menguap yang terbentuk.



Gambar 2.7 Kaidah laju oksidasi: linier, parabolik dan penurunan massa linier (Trethewey and Chamberlain, 1991).

Pertumbuhan parabolik terjadi apabila selaput oksida tetap lekat kepermukaan logam dan menjadi penghalang yang homogen terhadap difusi ion-ion logam atau ion-ion oksida melalui selaput itu, laju pertumbuhan oksida berbanding terbalik dengan tebal sesaat (*instantaneous thickness*):

$$\frac{dy}{dt} = \frac{c_1}{y} \dots (2.3)$$

Jika diintegrasikan maka:

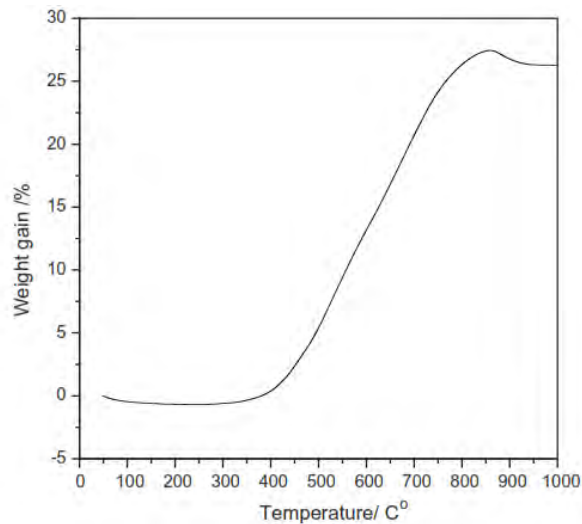
$$y^2 = c_1 t \dots (2.4)$$

Keterangan: y = tebal oksida, t = waktu dan c_1 adalah tetapan-tetapan.

Logam-logam yang beroksidasi dengan laju parabolik biasanya dicirikan dari oksidasinya yang tebal dan lekat. Contoh logam-logam ini adalah kobalt, nikel, tembaga dan tungsten (Trethewey and Chamberlain, 1991). Dalam kasus seperti

itu, plot data kinetika sebagai $m \text{ vs } t^{\frac{1}{2}}$ pada dasarnya dapat menentukan besar konstanta parabolik pada keadaan tunak, serta untuk analisis transient kinetika oksidasi (Pieraggi, 1987).

Beberapa penelitian mengenai oksidasi TiC telah dilakukan. Oksidasi TiC di udara telah dilakukan oleh Chen et al., 2011. Berdasarkan *thermogravimetric analysis* (TGA) (Gambar 2.8) yang dilakukan menunjukkan bahwa TiC memiliki stabilitas termal yang baik dan ketahanan oksidasi di bawah 350°C di udara. Pada temperatur sekitar 350°C, oksidasi sampel TiC telah dimulai, ditunjukkan dengan sampel teroksidasi membentuk titanium oksida dan karbon dioksida. Titanium oksida, baik stoikiometri dan nonstoikiometrik (TiO_2 , Ti_3O_5 , Ti_2O_3 , TiO) yang mungkin terbentuk selama proses oksidasi.



Gambar 2.8 Kurva TGA (*thermogravimetric analysis*) serbuk TiC di udara (Chen et al., 2011).

Sedangkan oksidasi lapisan TiC telah dilakukan pada temperatur 980°C di udara selama 20 menit. Lapisan TiC yang teroksidasi ini membentuk TiO_{2-x} . Pada saat waktu oksidasi lebih dari 12 menit, oksidasi telah mencapai substrat grafit. Hal tersebut ditandai dengan adanya penurunan massa (Agustinawati and Suasmoro, 2014).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

- **Peralatan**

Peralatan yang digunakan dalam eksperimen ini antara lain reaktor yang terbuat dari baja SUS 304, „*gloves box*“ sebagai tempat untuk menyiapkan sampel, pompa vakum serta proses perlakuan panas dalam *tube-furnace* dengan atmosfer gas Argon UHP 99,999%. Selain itu, peralatan lain yang diperlukan yaitu *ultrasonic cleaner* Branson 1200, *crucible*, spatula dan penjepit. Sedangkan untuk karakterisasi difraksi sinar X digunakan Bragg-Brentano PanAnalytical X“pert X-Ray dan untuk karakterisasi permukaan sampel serta *mapping element* menggunakan SEM EVO MA 10 Carl Zeiss Microscopy.

- **Bahan**

Bahan yang digunakan dalam eksperimen ini antara lain: grafit dengan densitas 2,09-2,23 g/cm³, titanium metalik powder >98% dan iodine „*sublimated for analysis*“ yang keduanya disuplai dari Merck, serbuk ZrO₂ (Zirconium Oxide Purum Sigma-Aldrich GMBH-D30926), campuran tepung tapioka „Rose Brand“ dan aquades sebagai *binder* serta ZO-paint untuk menyegel reaktor.

3.2 Prosedur Penelitian

Prosedur sintesis pada eksperimen ini terdiri dari beberapa tahapan sebagai berikut.

- **Persiapan Peralatan dan Bahan**

Pada tahap ini, grafit dipotong berbentuk balok dengan dimensi kurang lebih 10×10×5mm. Kemudian, sampel grafit dan tabung reaktor dibersihkan menggunakan *ultrasonic cleaner* selama kurang lebih 15 menit. Pada eksperimen ini, diberikan 2 variasi perlakuan terhadap sampel grafit. Sampel pertama disebut sampel A berupa grafit tanpa penambahan apapun. Sampel kedua disebut sampel B berupa grafit yang seluruh permukaannya dilapisi terlebih dahulu dengan campuran serbuk ZrO₂ dan larutan *binder* tepung tapioka. Konsentrasi campuran

yang digunakan yaitu 1 gram serbuk ZrO_2 dengan 10 mL larutan *binder* tepung tapioka. Larutan *binder* disiapkan dengan mencampurkan tepung tapioka ($m = 0,5 \text{ g}$) dan aquades ($V = 20 \text{ mL}$) kemudian dipanaskan hingga larutan berubah menjadi bening.

Kemudian, serbuk titanium ditimbang dengan massa sebesar 3,17 gram per reaktor dan ditambahkan yodium sebanyak 4% dari massa serbuk titanium. Selanjutnya, serbuk titanium dan yodium dicampur menggunakan mortar hingga merata. Campuran ini ditempatkan dalam *crucible* dan ditutup menggunakan aluminium foil. Tempat persiapan sampel digunakan *'gloves box'*, yaitu kotak plastik berukuran kurang lebih $80 \times 40 \times 45 \text{ cm}$ yang modifikasi dengan 2 buah lubang di kanan dan kiri sebagai tempat sarung tangan serta 2 lubang kecil untuk aliran gas.

- **Persiapan Sampel dalam *'Gloves Box'***

Pada tahap ini peralatan dan bahan yang diperlukan dimasukkan ke dalam *'gloves box'* dan ditutup rapat dengan lem. Kemudian, *'gloves box'* dihubungkan dengan tabung gas dan pompa vakum menggunakan slang. *'Gloves box'* divakumkan dan kran pada pompa vakum ditutup. Selanjutnya gas argon dialirkan ke dalam *'gloves box'*. Pada proses ini dipastikan *'gloves box'* tidak mengalami kebocoran. Kemudian *'gloves box'* divakumkan kembali dan kran pada slang tabung gas ditutup. Setelah itu gas argon dialirkan kembali ke dalam *'gloves box'*. Proses ini dilakukan berulang sebanyak 5 kali untuk meminimalisir adanya oksigen dan untuk menciptakan sistem atmosfer gas argon dalam *'gloves box'*.

Kemudian tahap persiapan sampel dilakukan di dalam *'gloves box'*. Campuran serbuk titanium dan yodium sedikit demi sedikit dimasukkan ke dalam reaktor, kira-kira sebanyak $\frac{1}{3}$ dari tinggi reaktor terlebih dahulu. Kemudian sampel dimasukkan dan dilanjutkan dengan sisa campuran serbuk titanium dan yodium. Pada proses ini, dipastikan sampel *'tertimbun'* seluruhnya oleh campuran serbuk titanium dan yodium. Selanjutnya, reaktor disegel (*sealed*) dengan ZOPaint pada penutupnya, dengan tujuan menghindari adanya kontak dengan oksigen. Gas argon tetap mengalir selama tahap persiapan dalam *'gloves box'*.

- **Perlakuan Panas**

Tahap perlakuan panas dilakukan di dalam *tube-furnace* dengan atmosfer argon. Sebelum perlakuan panas dilakukan, terlebih dahulu atmosfer dalam *tube-furnace* diganti dengan atmosfer argon dengan cara dialirkan gas argon selama kurang lebih 15 menit. Kemudian perlakuan panas dilakukan dengan variasi temperatur 950, 900 dan 850 °C dengan waktu tahan selama 10 jam. Proses perlakuan panas juga dilakukan untuk sampel B dengan waktu tahan pendek (sekitar 30 menit) pada temperatur 900°C.

3.3 Metode Karakterisasi

Metode karakterisasi hasil pelapisan sampel dilakukan sebagai berikut.

- **Difraksi Sinar-X**

Karakterisasi hasil pelapisan dilakukan dengan menggunakan perangkat XRD Philips X^{pert} dan radiasi yang digunakan CuK α . Selanjutnya, dilakukan analisis kualitatif untuk menentukan fasa apa saja yang terdapat dalam sampel. Berdasarkan hasil pola difraksi dapat dilihat puncak-puncak difraksi dari fasa yang terbentuk. Proses identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data posisi terukur dengan basis data. Identifikasi fasa dilakukan dengan menggunakan *software Match!*². Selain itu, analisis secara kuantitatif menggunakan metode Rietveld dengan menggunakan software Rietica untuk mengetahui parameter kisi dan volume sel dari lapisan yang telah terbentuk.

- **SEM-EDX**

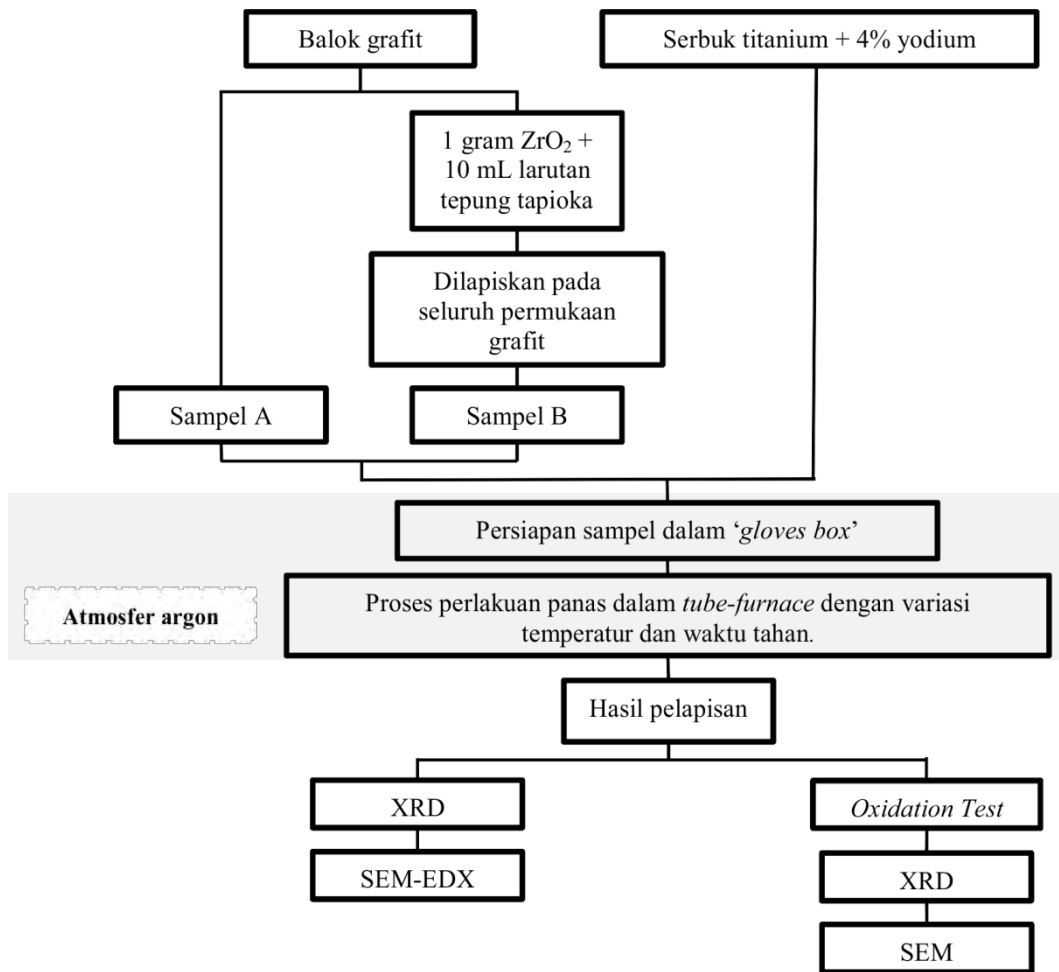
SEM merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan sampel. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan sampel. Permukaan sampel yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Pantulan elektron-elektron sekunder, elektron-elektron terhambur dan radiasi sinar-X karakteristik akan memberikan informasi tentang keadaan sampel seperti bentuk permukaan (topografi) dan komposisi kimia yang terkandung dalam material (jika dihubungkan dengan alat EDX). Tetapi akan ada satu arah dimana berkas

dipantulkan dengan intensitas tinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan. Berdasarkan proses tersebut akan diperoleh informasi ketebalan lapisan yang terbentuk pada sampel (Leng, 2009).

- Uji oksidasi

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui ketahanan oksidasi lapisan sampel A dan sampel B yang terbentuk pada temperatur 1000°C di udara selama 20 menit. Perubahan massa sampel yang terjadi dilakukan setiap 2 menit untuk selanjutnya dapat dihitung laju oksidasi berdasarkan regresi grafik Δm vs $t^{1/2}$. Hasil oksidasi lapisan kedua sampel juga dilakukan karakterisasi difraksi sinar-X dan SEM.

3.4 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian yang dilakukan.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

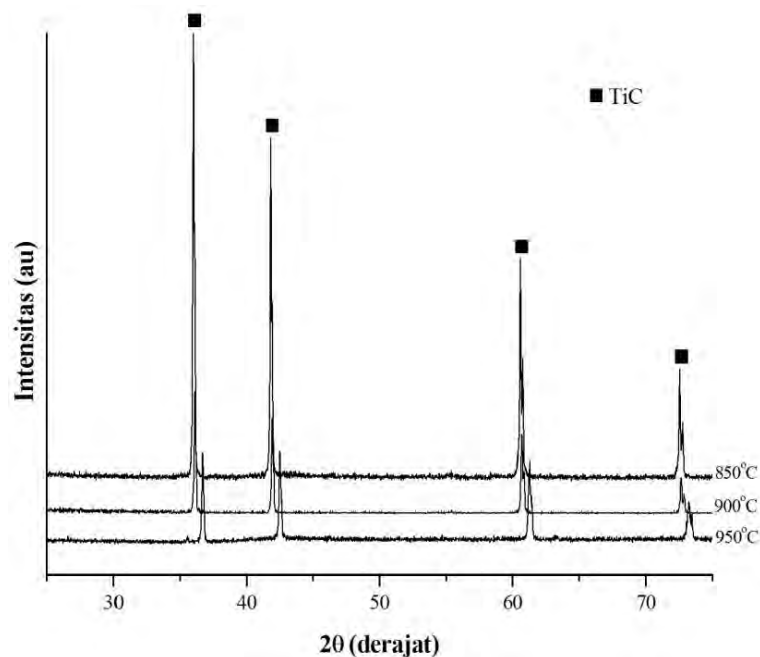
BAB 4

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan eksperimen yang telah dilakukan, berikut merupakan analisis data dan pembahasan untuk masing-masing variasi perlakuan dan uji oksidasi yang telah dilakukan.

4.1 Analisis Lapisan yang Terbentuk pada Permukaan Grafit

Hasil pelapisan pada sampel A dilakukan karakterisasi difraksi sinar X dan diidentifikasi untuk mengetahui fase apa saja yang terdapat pada lapisan yang terbentuk. Gambar 4.1 merupakan pola XRD dan hasil identifikasi fase lapisan yang terbentuk dengan variasi temperatur selama perlakuan panas.



Gambar 4.1 Pola difraksi sinar X dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ dan hasil identifikasi fase untuk sampel A dengan variasi temperatur proses.

Gambar 4.1 menunjukkan bahwa hanya fase TiC yang terdeteksi untuk ketiga lapisan sampel A dengan variasi temperatur. Akan tetapi, posisi sudut 2θ puncak difraksi sinar X masing-masing mengalami pergeseran. Berturut-turut posisi sudut 2θ dari sudut yang paling besar adalah sampel yang diproses pada temperatur 950°C kemudian 900°C dan sudut yang paling kecil adalah 850°C. Menurut

Hukum Bragg, semakin besar sudut difraksi maka jarak antar atom semakin kecil sehingga diduga semakin tinggi temperatur proses maka parameter kisi TiC pada lapisan yang terbentuk semakin kecil.

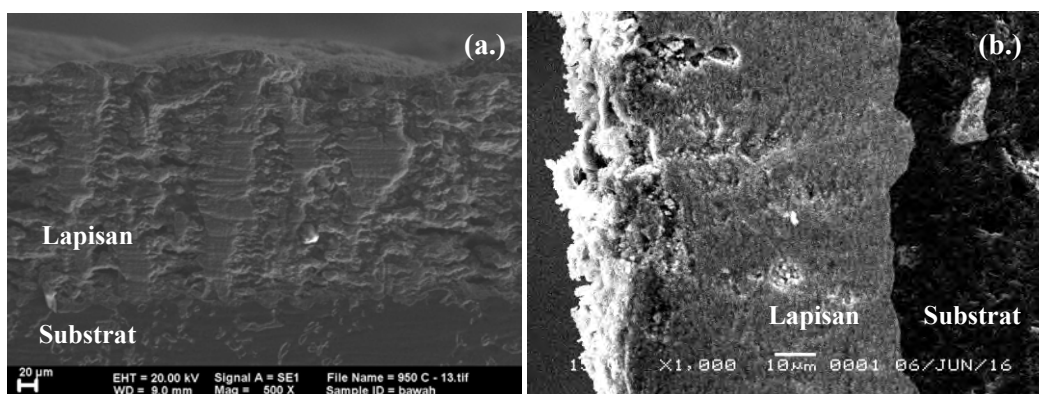
Analisis hasil XRD lebih lanjut dengan metode *refinement* (pencocokan) Rietveld dilakukan untuk menghitung besar parameter kisi TiC pada lapisan masing-masing sampel. Tabel 4.1 menampilkan besar parameter kisi dan volume sel TiC yang terbentuk dengan variasi temperatur.

Tabel 4.1 Parameter kisi dan volume sel TiC yang terbentuk dengan variasi temperatur.

Temperatur (°C)	Parameter kisi (Å) a = b = c	Volume Sel (Å ³)
950	4,3019 (3)	79,611 (11)
900	4,3149 (2)	80,336 (6)
850	4,3160 (1)	80,396 (3)

Berdasarkan hasil pencocokan tersebut dapat dikonfirmasi bahwa semakin tinggi temperatur perlakuan panas maka parameter kisi TiC akan semakin kecil.

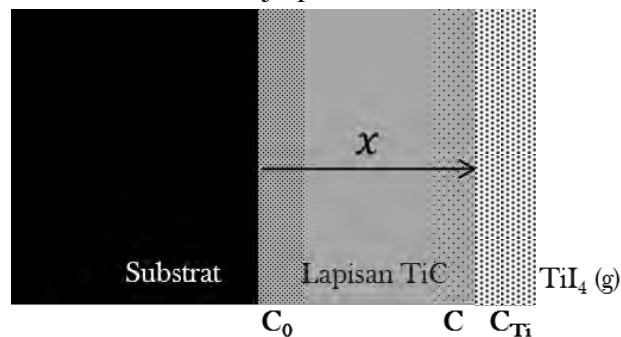
Selanjutnya ketebalan lapisan yang terbentuk pada masing-masing sampel ditunjukkan dari hasil pengamatan SEM. Gambar 4.2 merupakan hasil pengamatan SEM penampang melintang lapisan sampel A. Berdasarkan hasil SEM tersebut, dapat ditentukan ukuran tebal lapisan TiC yang terbentuk. Sampel yang diproses pada temperatur 950°C memiliki ketebalan lapisan TiC yang lebih besar (rata-rata mencapai 297,3 µm) dibandingkan dengan lapisan sampel yang diproses pada temperatur 850°C (rata-rata mencapai 67,85 µm).



Gambar 4.2 Citra SEM elektron sekunder (penampang melintang) dari sampel A yang diproses pada temperatur: (a.) 950°C dan (b.) 850°C.

Pembentukan lapisan TiC di permukaan grafit ditentukan oleh difusi atom karbon dari grafit menuju titanium. Atom karbon akan berdifusi menempati situs oktahedral titanium (Pierson, 1996). Sampel yang diproses pada temperatur 950°C mempunyai waktu yang lebih lama dan energi yang lebih besar untuk atom karbon berdifusi sehingga memungkinkan terbentuk lapisan yang lebih tebal daripada sampel yang diproses pada temperatur 850°C.

Semakin tinggi temperatur proses maka lapisan yang terbentuk akan semakin tebal sehingga jarak difusi karbon menuju permukaan lapisan semakin besar (diilustrasikan pada Gambar 4.3). Oleh karena itu, karbon yang berdifusi menuju permukaan lapisan menjadi sedikit sehingga semakin tebal maka di permukaan lapisan menjadi karbida yang kekurangan karbon (*a carbon-deficient carbide*) atau dapat dirumuskan TiC_{1-x} dan memiliki parameter kisi yang lebih kecil dibandingkan senyawa stoikiometrinya (≤ 40 at.%C). Analisis ini juga dikemukakan oleh Yin et al. (2005) pada penelitiannya yang menyatakan bahwa semakin tebal lapisan TiC maka karbon yang berada di permukaan akan semakin sedikit dikarenakan jarak difusi karbon menuju permukaan semakin besar.

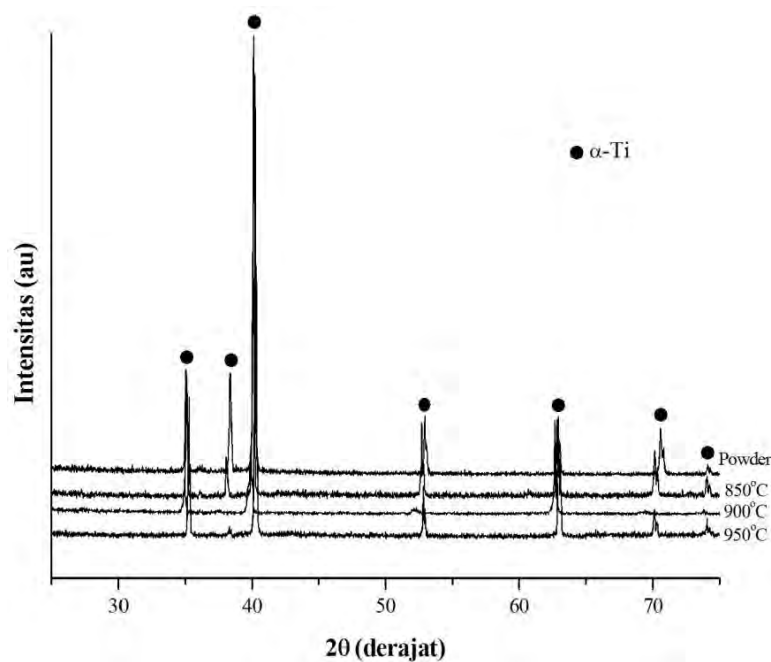


Gambar 4.3 Ilustrasi jarak difusi atom karbon dalam lapisan TiC menuju permukaan.

4.2 Analisis Lapisan dengan Dispersi ZrO_2 pada Permukaan Grafit

Hasil pelapisan pada sampel B dilakukan karakterisasi difraksi sinar X dan diidentifikasi untuk mengetahui fase apa saja yang terdapat pada lapisan yang terbentuk. Hasil XRD dan identifikasi lapisan ditunjukkan pada Gambar 4.4. Berdasarkan hasil identifikasi tersebut diperoleh bahwa pola difraksi sinar X masing-masing lapisan sampel A memiliki kecocokan dengan puncak difraksi sinar X serbuk titanium yang digunakan. Hal ini menandakan bahwa lapisan yang

terbentuk memiliki kesamaan struktur kristal dengan serbuk titanium awal yaitu HCP (*Hexagonal Close-Packed*). Akan tetapi, puncak difraksi sinar X lapisan menunjukkan sedikit pergeseran posisi sudut 2θ lebih kecil dibandingkan dengan serbuk titanium awal. Menurut Hukum Bragg, semakin besar sudut difraksi maka jarak antar atom semakin kecil sehingga diduga parameter kisi Ti pada lapisan lebih besar daripada parameter kisi Ti dari serbuk awal (Ti murni). Correa et al. (2014) dalam penelitiannya menyatakan bahwa ekspansi parameter kisi Ti dibandingkan Ti murni dikarenakan adanya ion Zr^{4+} yang tersubstitusi ke dalam struktur Ti. Adapun radius ionik kristal Zr^{4+} (0,072 nm) lebih besar dibandingkan dengan radius ionik kristal Ti^{4+} (0,061 nm) (Chiang et al., 1997) sehingga menyebabkan parameter kisi lapisan bertambah besar.



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar X dengan radiasi $CuK\alpha$ dan hasil identifikasi fase untuk sampel B dengan variasi temperatur proses.

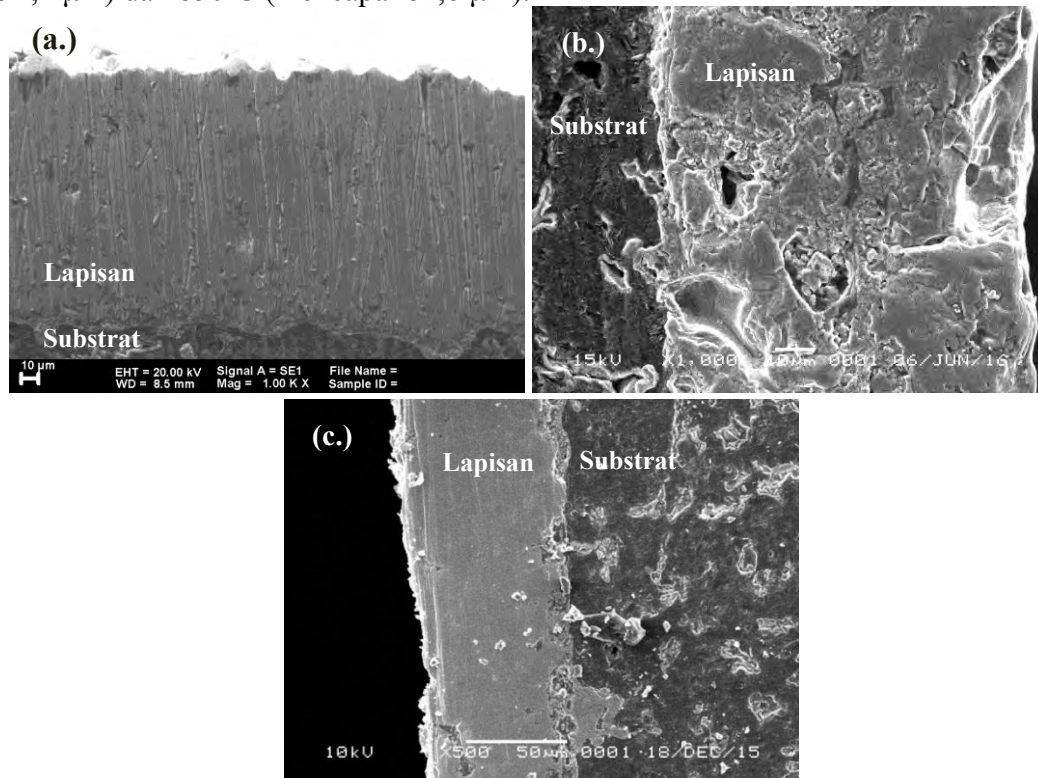
Kemudian, analisis XRD lebih lanjut dengan metode pencocokan Rietveld untuk mengetahui besar parameter kisi Ti dari serbuk awal dan lapisan sampel B. Tabel 4.2 menampilkan besar parameter kisi dan volume sel Ti dengan variasi temperatur. Berdasarkan hasil pencocokan tersebut dapat dikonfirmasi bahwa parameter kisi Ti pada lapisan masing-masing sampel lebih besar daripada parameter kisi serbuk awal dan juga diperoleh bahwa semakin tinggi temperatur proses maka parameter kisi Ti pada lapisan akan semakin kecil. Hasil ini terjadi

dikarenakan semakin tinggi temperatur proses maka jumlah ion Zr yang tersubstitusi dalam struktur Ti semakin sedikit. Perhitungan kadar Zr dalam lapisan diperoleh 4%, 11% dan 15% berturut-turut untuk temperatur 950, 900 dan 850°C (Lampiran C).

Tabel 4.2 Parameter kisi dan volume sel Ti dengan variasi temperatur proses.

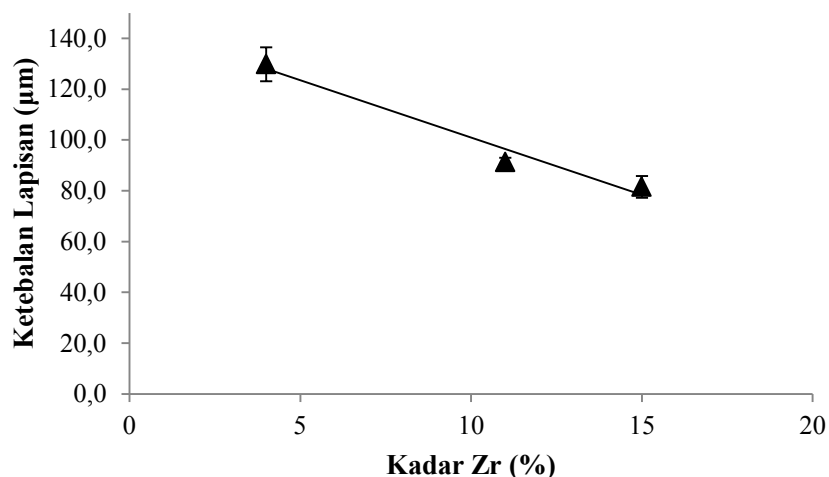
Temperatur (°C)	Parameter Kisi (Å)		Volume Sel (Å ³)
	a=b	c	
0 (Serbuk Ti)	2,9506 (4)	4,6855 (6)	35,327 (7)
950	2,9515 (1)	4,6895 (4)	35,379 (3)
900	2,9540 (4)	4,7043 (22)	35,551 (18)
850	2,9561 (2)	4,7251(3)	35,758 (4)

Selanjutnya dilakukan pengamatan SEM untuk mengetahui ketebalan lapisan pada masing-masing sampel. Hasil pengamatan SEM penampang melintang lapisan sampel B ditunjukkan pada Gambar 4.5. Berdasarkan hasil pengamatan ini diperoleh bahwa berturut-turut ketebalan lapisan dari yang terbesar adalah sampel yang diproses pada temperatur 950°C (mencapai 129,8 µm), 900°C (mencapai 91,2 µm) dan 850°C (mencapai 81,6 µm).



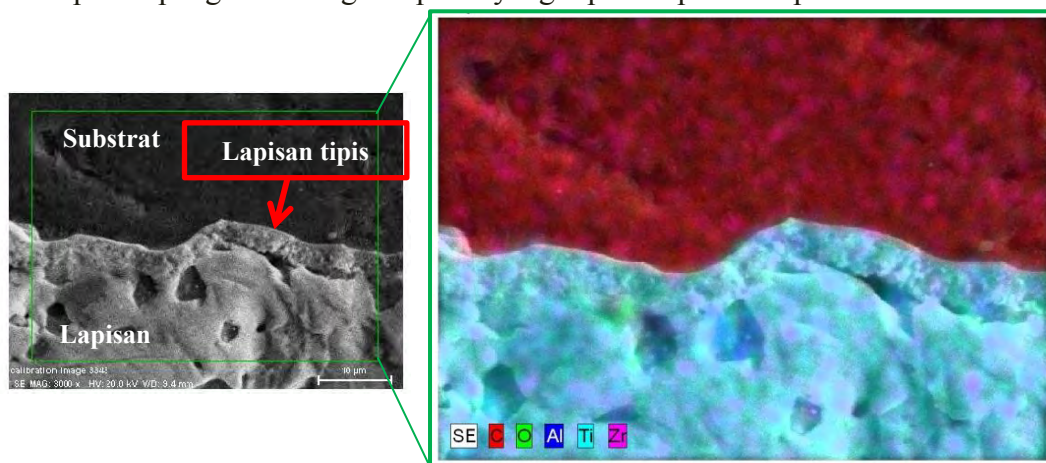
Gambar 4.5 Citra SEM elektron sekunder (penampang melintang) dari sampel B yang diproses pada temperatur: (a.) 950°C; (b.) 900°C dan (c.) 850°C.

Tebal lapisan yang diperoleh berbanding terbalik dengan kadar Zr dalam lapisan. Hal ini dikarenakan semakin tebal lapisan maka kadar Ti menjadi lebih besar sehingga kadar Zr dibanding Ti (Zr:Ti) menjadi semakin kecil. Hubungan tebal lapisan dan kadar Zr ini ditampilkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Ketebalan lapisan dari sampel B sebagai fungsi kadar Zr.

Analisis lebih lanjut dilakukan dengan pengamatan SEM-EDX untuk mengetahui distribusi elemen dari lapisan yang terbentuk. Analisis ini dilakukan karena berdasarkan hasil identifikasi difraksi sinar X pada lapisan sampel B tidak menunjukkan adanya ZrO_2 dalam lapisan. Gambar 4.7 merupakan hasil SEM-EDX penampang melintang sampel B yang diproses pada temperatur $950^{\circ}C$.

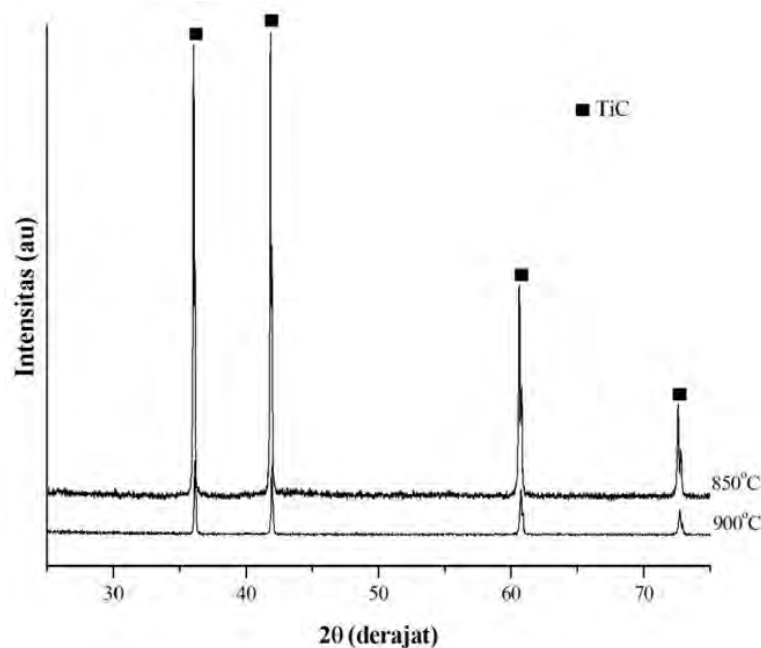


Gambar 4.7 Citra SEM elektron sekunder (penampang melintang) dan peta unsur dari Sampel B yang diproses pada temperatur $950^{\circ}C$.

Berdasarkan gambar tersebut terlihat bahwa substrat grafit ditunjukkan deng-

an warna merah yang menandakan atom karbon dan bagian lapisan didominasi oleh warna biru yang mewakili unsur titanium. Terlihat pula titik-titik berwarna ungu yang menyebar yang mengindikasikan adanya unsur zirkonium. Adapun unsur oksigen yang diwakili warna hijau terlihat tidak begitu tampak dalam lapisan. Sedangkan unsur karbon (berwarna merah) sama sekali tidak terdeteksi dalam lapisan. Hasil ini menunjukkan bahwa lapisan yang terbentuk merupakan paduan Ti-Zr. Pada Gambar 4.7 juga terlihat adanya lapisan tipis diantara substrat dan lapisan (ditunjukkan tanda panah). Lapisan tipis ini diduga menjadi penyebab terhambatnya laju difusi karbon menuju permukaan, sehingga pada sampel B terbentuk lapisan Ti yang tersubstitusi oleh ion Zr^{4+} .

Berdasarkan analisis sejauh ini, diperoleh bahwa terdapat pengaruh penambahan campuran larutan tepung tapioka dan serbuk ZrO_2 terhadap pembentukan lapisan. Sehingga selanjutnya, eksperimen dilakukan pada sampel C berupa grafit yang seluruh permukaannya dilapisi oleh larutan tepung tapioka. Eksperimen ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan tepung tapioka pada pembentukan lapisan. Kemudian hasil pelapisan yang terbentuk dilakukan karakterisasi sinar X dan diidentifikasi untuk mengetahui fase apa saja yang terdapat pada lapisan.



Gambar 4.8 Pola difraksi sinar X dengan radiasi $CuK\alpha$ dan hasil identifikasi fase untuk sampel C dengan variasi temperatur proses.

Gambar 4.8 menunjukkan bahwa hanya fase TiC yang terdeteksi untuk lapisan sampel C. Hal ini menunjukkan bahwa tepung tapioka tidak berpengaruh dalam pembentukan fase lapisan. Akan tetapi, posisi sudut 2θ puncak XRD lapisan sampel yang diproses pada temperatur 900°C lebih kecil dari pada posisi 2θ lapisan sampel yang diproses pada temperatur 850°C. Menurut Hukum Bragg, semakin besar sudut difraksi maka jarak antar atom semakin kecil sehingga diduga semakin tinggi temperatur proses maka parameter kisi TiC pada lapisan yang terbentuk semakin kecil.

Analisis hasil XRD lebih lanjut dengan metode pencocokan Rietveld dilakukan untuk menghitung besar parameter kisi TiC dari lapisan sampel C. Tabel 4.3 menampilkan besar parameter kisi dan volume sel TiC dari lapisan sampel C dengan variasi temperatur.

Tabel 4.3 Parameter kisi dan volume sel TiC dari lapisan sampel C dengan variasi temperatur.

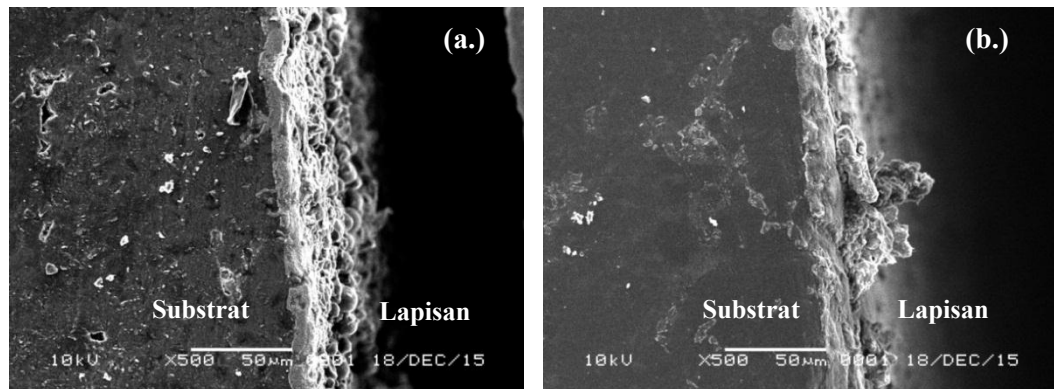
Temperatur (°C)	Parameter kisi (Å) $a = b = c$	Volume Sel (Å ³)
900	4,3140 (13)	80,285 (43)
850	4,3175 (3)	80,480 (8)

Berdasarkan hasil pencocokan tersebut dapat dikonfirmasi bahwa semakin tinggi temperatur perlakuan panas maka parameter kisi TiC akan semakin kecil.

Kemudian dilakukan pengamatan SEM terhadap penampang melintang lapisan sampel C untuk menentukan tebal lapisan yang terbentuk. Hasil pengamatan SEM ditunjukkan pada Gambar 4.9. Berdasarkan hasil pengamatan diperoleh bahwa ketebalan lapisan dari sampel yang diproses pada temperatur 850°C (mencapai 5,2 μm) dan sampel yang diproses pada temperatur 900°C (mencapai 7,6 μm).

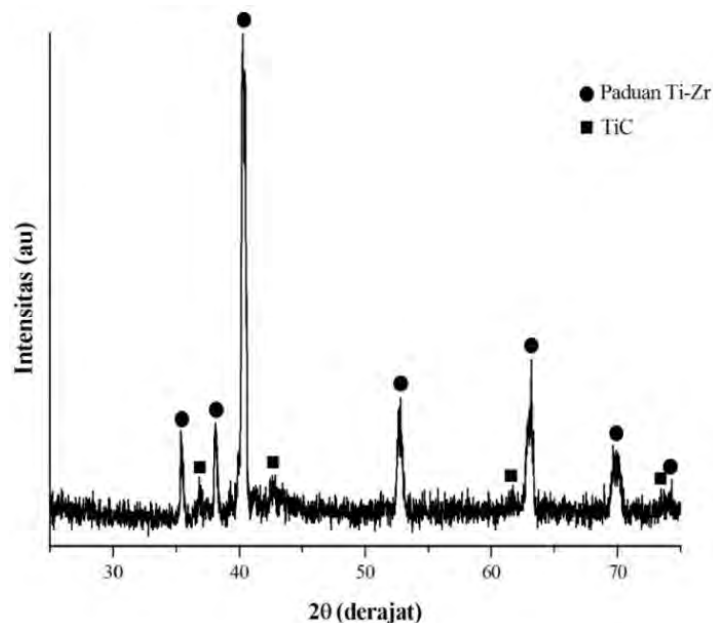
Ketebalan lapisan TiC dari sampel A lebih besar daripada ketebalan lapisan TiC dari sampel C. Hal ini terjadi dikarenakan adanya karbon dari tepung tapioka di permukaan grafit yang bereaksi dengan titanium. Proses reaksi karbon amorf dari tepung tapioka dengan titanium ini berlangsung lama sehingga laju difusi karbon dari grafit ke permukaan lapisan menjadi lambat dan menyebabkan terbentuknya lapisan TiC pada sampel C menjadi lebih tipis dibandingkan dengan

lapisan TiC pada sampel A.



Gambar 4.9 Citra SEM elektron sekunder (penampang melintang) dari sampel C yang diproses pada temperatur: (a.) 900°C dan (b.) 850°C.

Berdasarkan analisis pada sampel C di atas diperoleh bahwa adanya dispersi tepung tapioka di permukaan grafit tidak mempengaruhi terbentuknya fase lapisan akan tetapi tebal lapisan yang terbentuk sangat tipis. Oleh karena itu, lebih lanjut untuk mengetahui mekanisme pembentukan lapisan dengan adanya dispersi ZrO_2 di permukaan grafit serta untuk mengidentifikasi lapisan tipis di antara substrat grafit dan lapisan paduan Ti-Zr maka eksperimen sampel B dilakukan dengan waktu perlakuan panas yang pendek (sekitar 30 menit) pada temperatur 900°C, dengan harapan lapisan yang terbentuk sangat tipis. Berikut hasil XRD dan identifikasi lapisan ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Pola difraksi sinar X dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ dan hasil identifikasi fase untuk sampel B yang diproses pada temperatur 900°C selama 30 menit.

Berdasarkan hasil identifikasi tersebut, terdeteksi adanya 2 fase dalam lapisan yaitu paduan Ti-Zr dan TiC. Fase TiC yang terdeteksi dalam lapisan memiliki intensitas yang sangat kecil. Hal ini terjadi karena titanium bereaksi dengan karbon amorf dari tepung tapioka. Proses ini membutuhkan waktu yang lama sehingga menghambat laju difusi karbon dari grafit menuju ke permukaan untuk bereaksi dengan titanium. Banyaknya titanium yang bergerak menuju permukaan substrat tanpa diimbangi tersedianya karbon dari grafit menyebabkan titanium menumpuk di permukaan lapisan. Di sisi lain, adanya ZrO_2 di permukaan grafit dan berada dalam atmosfer yang inert (gas argon *Ultra High Purity*) pada temperatur tinggi memungkinkan terbentuknya vakansi oksigen dan oksigen akan terlarut dalam atmosfer argon. Energi pembentukan vakansi oksigen pada ZrO_2 sebesar 853,44 kJ/mol lebih besar dari energi pembentukan paduan Ti-Zr sebesar 304 kJ/mol (Foster et al., 2002; Perez et al., 2003). Sehingga ketika terbentuk vakansi oksigen, selanjutnya Zr lebih mudah bereaksi dengan Ti membentuk paduan Ti-Zr. Kemudian difusi karbon terhenti saat titanium sudah tidak tersedia di permukaan substrat sehingga selanjutnya hanya terbentuk lapisan paduan Ti-Zr di atas lapisan TiC. Demikian mekanisme terbentuknya lapisan tipis TiC dan lapisan paduan Ti-Zr di permukaan grafit.

Analisis hasil XRD lebih lanjut dengan metode pencocokan Rietveld dilakukan untuk menghitung besar parameter kisi fase paduan Ti-Zr dan fase TiC. Tabel 4.4 menampilkan besar parameter kisi dan volume sel masing-masing fase.

Tabel 4.4 Parameter kisi dan volume sel paduan Ti-Zr dan Ti dari lapisan sampel B yang diproses pada temperatur 900°C selama 30 menit.

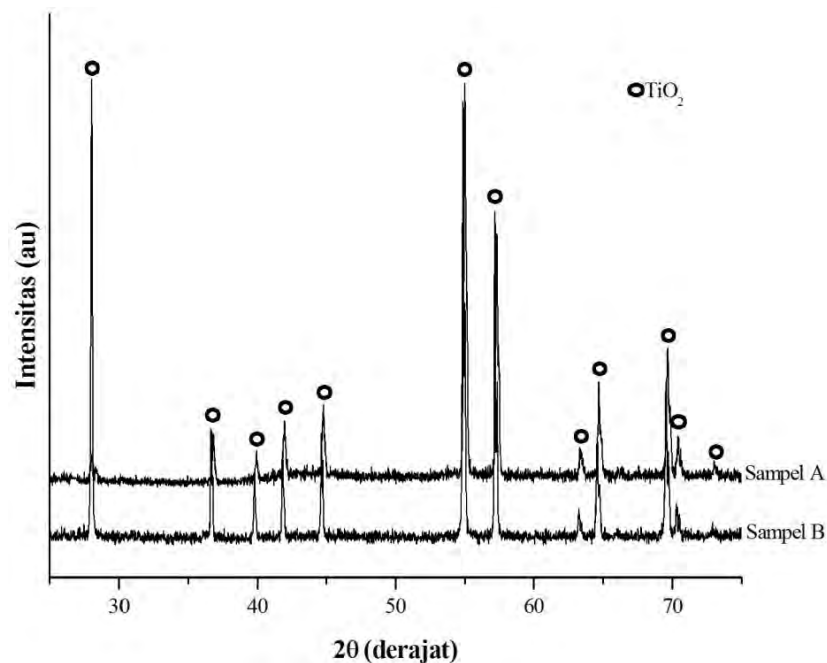
Fase	Parameter kisi (Å)	Volume Sel (Å)	Struktur
Ti-Zr	$a = b = 2,9666 (15) \quad c = 4,7728 (26)$	36,377 (31)	HCP
TiC	$a = b = c = 4,2869 (23)$	78,781 (74)	Rocksalt

Berdasarkan hasil pencocokan tersebut diperoleh bahwa lapisan paduan Ti-Zr yang diproses selama 30 menit memiliki parameter kisi yang lebih besar dari pada lapisan paduan Ti-Zr yang diproses selama 10 jam untuk temperatur 900°C. Hal ini disebabkan oleh kadar Zr dalam lapisan sampel yang diproses selama 30 menit lebih besar (sekitar 13%) dibandingkan dengan sampel yang diproses selama 10 jam. Sedangkan parameter kisi TiC pada lapisan sampel B yang diproses selama

30 menit lebih kecil dari pada parameter kisi TiC pada sampel A dan sampel C yang diproses selama 10 jam dengan temperatur yang sama.

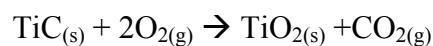
4.3 Analisis Oksidasi Lapisan yang Terbentuk

Uji oksidasi dilakukan untuk lapisan sampel A dan sampel B pada temperatur 1000°C di udara selama 20 menit. Selanjutnya untuk menganalisis fase hasil oksidasi lapisan yang terbentuk dilakukan karakterisasi pola difraksi sinar X. Hasil XRD dan identifikasi fase masing-masing lapisan ditunjukkan pada Gambar 4.11.



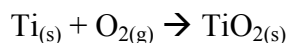
Gambar 4.11 Pola difraksi sinar X dengan radiasi CuK α dan hasil identifikasi fase lapisan teroksidasi untuk sampel A dan sampel B pada temperatur 1000°C di udara.

Berdasarkan hasil identifikasi tersebut, fase yang terdeteksi untuk kedua lapisan sampel yang teroksidasi adalah TiO₂ (*rutile*). Pada sampel A, lapisan TiC teroksidasi membentuk TiO₂ dan reaksi yang terjadi adalah



Sedangkan pada sampel B, lapisan paduan Ti-Zr yang teroksidasi juga teridentifikasi membentuk TiO₂ dan tidak terdeteksi adanya ZrO₂ dalam lapisan

oksida. Hal ini disebabkan oleh kadar Zr dalam lapisan yang sangat kecil. Adapun reaksi oksidasi yang dominan terjadi adalah



Analisis XRD lebih lanjut dengan menggunakan metode pencocokan Rietveld untuk menghitung parameter kisi dan volume sel TiO_2 dari kedua lapisan yang teroksidasi. Tabel 4.5 menampilkan besar parameter kisi dan volume sel lapisan yang teroksidasi

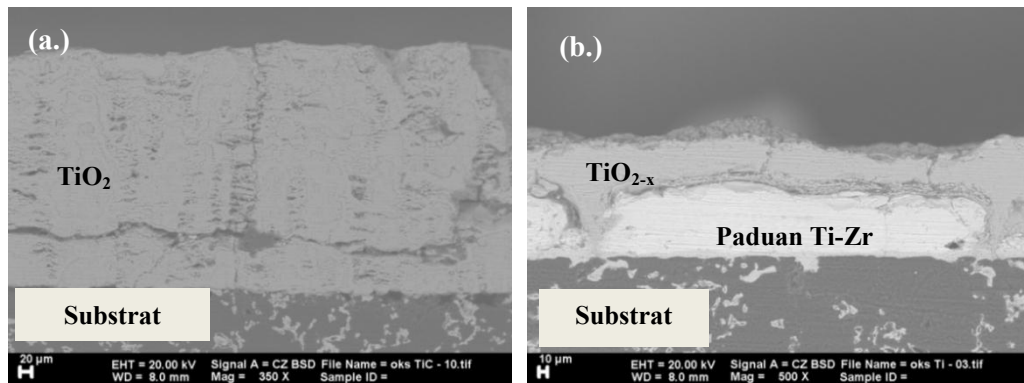
Tabel 4.5 Parameter kisi dan volume sel TiO_2 untuk sampel A dan sampel B yang teroksidasi pada temperatur 1000°C di udara.

Lapisan Teroksidasi	Parameter Kisi (Å)		Volume Sel (Å ³)
	a=b	c	
Paduan Ti-Zr	4,5861 (2)	2,9543 (1)	62,137(5)
TiC	4,5934 (5)	2,9605 (4)	62,466 (12)

Berdasarkan hasil pencocokan tersebut diperoleh bahwa lapisan paduan Ti-Zr yang teroksidasi memiliki parameter kisi yang lebih kecil dibandingkan lapisan TiC yang teroksidasi. Hal ini terjadi diduga karena pada lapisan paduan Ti-Zr, oksigen belum bereaksi secara sempurna dengan Ti sehingga pada lapisan oksida yang terbentuk kekurangan oksigen (TiO_{2-x}) (Agustinawati and Suasmoro, 2014).

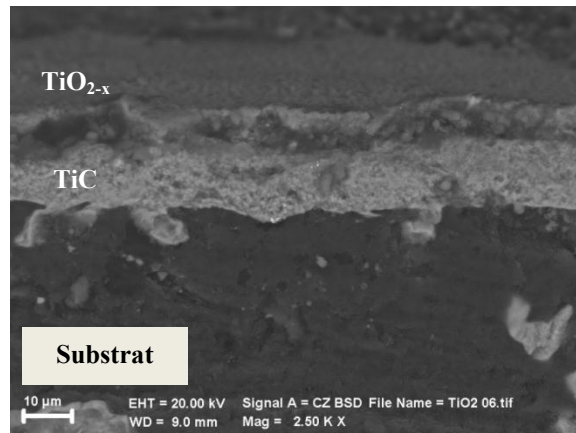
Kemudian pengamatan SEM dilakukan pada penampang melintang sampel A dan sampel B yang teroksidasi untuk melihat lapisan oksida dengan menggunakan sumber elektron *backscattered*, sehingga dapat diketahui perbedaan komposisi unsur kimia yang terkandung ditunjukkan dengan variasi tingkat abu-abu (kontras) (Leng, 2008). Lapisan oksida yang terbentuk ditunjukkan dengan kontras yang lebih gelap dibandingkan lapisan asal (TiC maupun paduan Ti-Zr). Gambar 4.12 menampilkan hasil pengamatan SEM pada penampang melintang sampel A dan sampel B yang teroksidasi.

Berdasarkan pengamatan tersebut terlihat bahwa untuk lapisan TiC (Gambar 4.12 a.) tidak teramatinya 2 kontras yang berbeda dalam lapisan. Hal ini diduga karena oksidasi hampir mencapai substrat grafit. Sedangkan pada lapisan paduan Ti-Zr (Gambar 4.12 b.) terlihat adanya 2 kontras yang berbeda yaitu lapisan paling atas merupakan lapisan oksida dan lapisan di bawahnya merupakan lapisan paduan Ti-Zr yang belum teroksidasi.



Gambar 4.12 Citra SEM elektron *backscattered* (penampang melintang): (a.) sampel A dan (b.) sampel B yang teroksidasi pada temperatur 1000°C di udara.

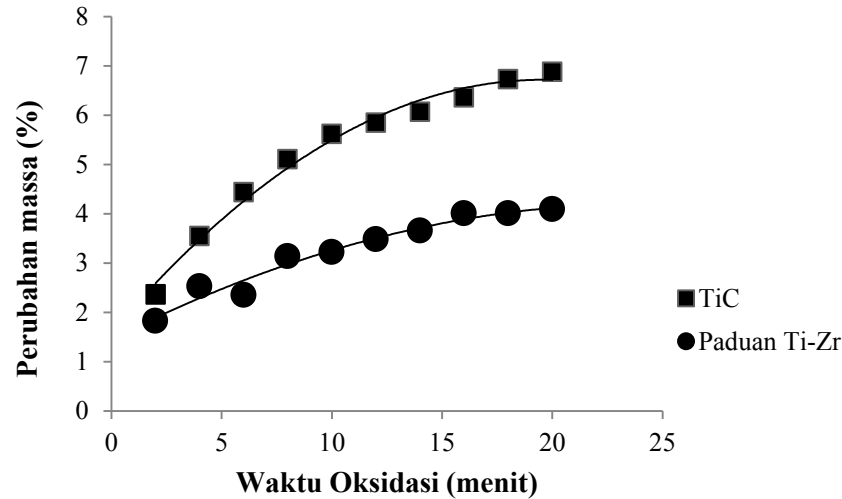
Pada kajian awal telah dilakukan oksidasi lapisan TiC selama 4 menit di udara pada temperatur 980°C dan memperlihatkan adanya lapisan TiC yang teroksidasi (Gambar 4.13). Berdasarkan hasil pengamatan tersebut terlihat adanya 2 kontras yang berbeda dalam lapisan yaitu lapisan paling atas merupakan lapisan oksida dan lapisan dibawahnya merupakan lapisan TiC yang belum teroksidasi. Kemudian hasil identifikasi difraksi sinar X pada lapisan teroksidasi menunjukkan adanya 2 fase yaitu TiC dan TiO_{2-x} (*rutile*) (Agustinawati and Suasmoro, 2014).



Gambar 4.13 Citra SEM elektron *backscattered* (penampang melintang) lapisan TiC yang teroksidasi pada temperatur 980°C di udara selama 4 menit (Sumber: Agustinawati and Suasmoro, 2014) .

Pada saat proses oksidasi, perubahan massa sampel yang terjadi juga diukur setiap 2 menit kemudian dibuat grafik hubungan perubahan massa terhadap waktu yang ditunjukkan pada Gambar 4.14. Berdasarkan grafik tersebut terlihat bahwa perubahan massa paling besar dialami oleh sampel A (lapisan TiC) dibandingkan

dengan sampel B (lapisan paduan Ti-Zr). Pertumbuhan kedua lapisan oksida terjadi secara parabolik seperti pada Gambar 2.7.

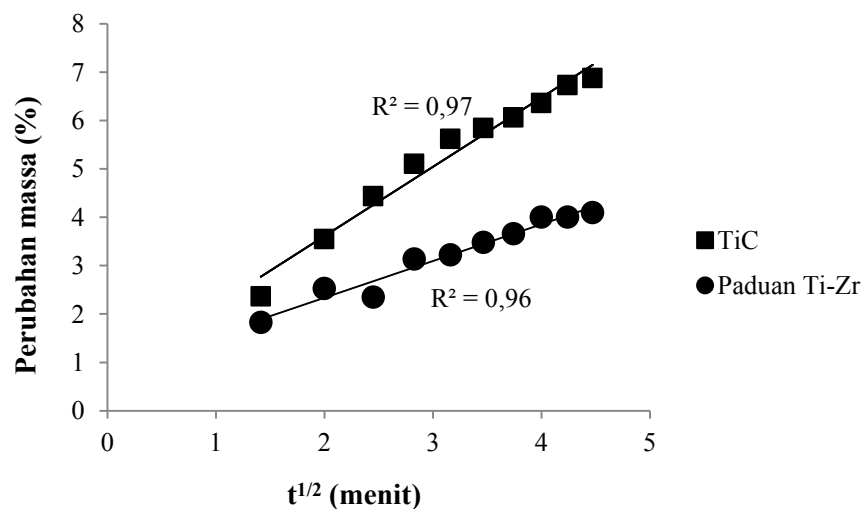


Gambar 4.14 Perubahan massa sampel A dan sampel B sebagai fungsi waktu oksidasi.

Selanjutnya dapat ditentukan laju oksidasi dari konstanta parabolik regresi grafik Δm vs $t^{1/2}$ untuk kedua lapisan yang ditunjukkan pada Gambar 4.15 dan memenuhi persamaan:

$$m \approx (Kt)^{1/2} \dots (4.1)$$

Persamaan 4.1 tersebut diperoleh dari model pertumbuhan lapisan oksida (Lampiran D).



Gambar 4.15 Perubahan massa sampel A dan sampel B sebagai fungsi akar waktu oksidasi.

Berdasarkan grafik tersebut, untuk oksidasi lapisan TiC diperoleh persamaan regresi sebagai berikut.

$$y = 1,43x + 0,74 \dots (4.2)$$

Dengan x merupakan $t^{\frac{1}{2}}$ dan k_p merupakan laju oksidasi yang bernilai $k_p = \sqrt{K} = 1,20 \text{ g}^2/\text{s}$. Sedangkan untuk oksidasi lapisan paduan Ti-Zr diperoleh persamaan regresi sebagai berikut.

$$y = 0,76x + 0,82 \dots (4.3)$$

Dengan x merupakan $t^{\frac{1}{2}}$ dan k_p merupakan laju oksidasi yang bernilai $k_p = \sqrt{K} = 0,87 \text{ g}^2/\text{s}$. Hasil tersebut menunjukkan bahwa laju oksidasi lapisan paduan Ti-Zr lebih lambat dibandingkan dengan laju oksidasi lapisan TiC. Berdasarkan hal tersebut dapat dikatakan bahwa lapisan paduan Ti-Zr memiliki ketahanan oksidasi lebih baik daripada ketahanan oksidasi lapisan TiC pada temperatur 1000°C di udara.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

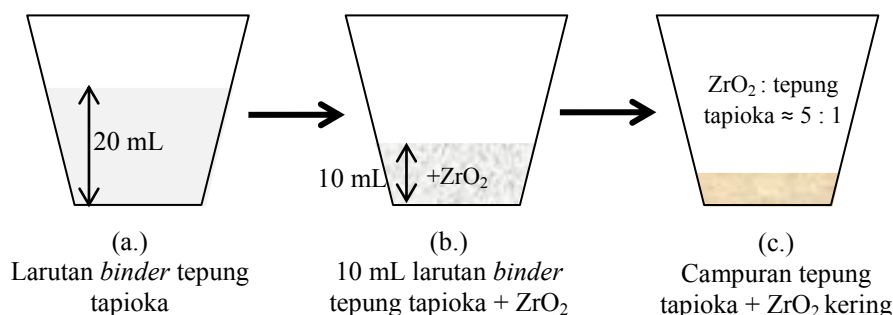
LAMPIRAN A

Perhitungan Kadar Zr dalam Lapisan

Pertama dibuat larutan *binder* dengan mencampurkan tepung tapioka ($m = 0,5 \text{ g}$) dan aquades ($V = 20 \text{ mL}$) dan dipanaskan hingga larutan berubah menjadi bening. Kemudian diambil larutan *binder* sebanyak 10 mL untuk dicampurkan dengan ZrO_2 ($m = 1 \text{ g}$) hingga merata (tidak terdapat endapan ZrO_2). Selanjutnya campuran tersebut dikeringkan untuk mengetahui perbandingan massa ZrO_2 dan tepung tapioka kering dalam campuran. Berdasarkan pengukuran diperoleh massa kering campuran ZrO_2 dan tepung tapioka sebesar $1,2024 \text{ g}$, sehingga massa tepung tapioka kering (dari campuran) = $0,2023 \text{ gram}$ dan diperoleh perbandingannya sebagai berikut.

$$\begin{array}{c} \text{Massa } \text{ZrO}_2 : \text{massa tepung tapioka kering} \\ 1 \text{ gram} : 0,2024 \text{ gram} \approx 5 : 1 \end{array}$$

Proses ini diilustrasikan pada Gambar 1 berikut.



Gambar 1. Ilustrasi pembuatan campuran larutan tepung tapioka dan serbuk ZrO_2 .

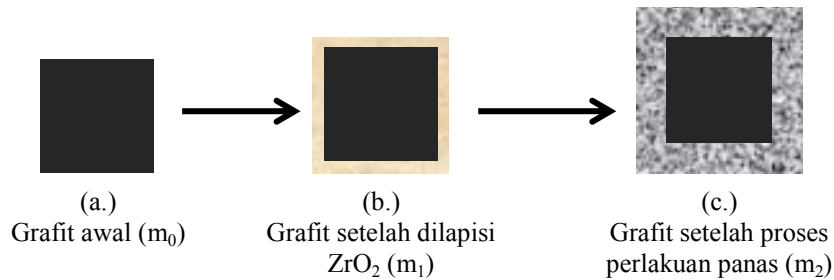
Kemudian, jika diketahui massa grafit awal (m_0) = $0,5404 \text{ g}$ dan massa sesudah dilapisi ZrO_2 (m_1) = $0,5529 \text{ g}$ maka perubahan massanya sebesar $0,0125 \text{ g}$ sehingga massa ZrO_2 dalam pelapis :

$$\frac{5}{6} \times 0,0125 \text{ gram} = 0,0104 \text{ gram}$$

Selanjutnya diperoleh massa setelah perlakuan panas (m_2) = $0,5918 \text{ gram}$, maka perubahan massanya sebesar $0,0514 \text{ g}$. Sehingga %massa ZrO_2 dalam lapisan yang terbentuk:

$$\begin{aligned}\% \text{massa } \text{ZrO}_2 &= \frac{\text{massa } \text{ZrO}_2}{\text{massa lapisan yang terbentuk}} \times 100\% \\ &= \frac{0,0104}{0,0514} \times 100\% \\ &\approx 20\%\end{aligned}$$

Proses perubahan massa sampel diilustrasikan pada Gambar 2 berikut.



Gambar 2. Ilustrasi perubahan massa sampel.

Selanjutnya, kadar Zr dalam lapisan dilakukan perhitungan sebagai berikut.

Diketahui:

- Ar Zr = 91,224 g/mol
- Ar O = 15,999 g/mol
- Mr ZrO_2 = 123,222 g/mol

Maka kadar Zr dalam lapisan:

$$\begin{aligned}&= \frac{\text{Ar Zr}}{\text{Mr } \text{ZrO}_2} \times \% \text{ massa } \text{ZrO}_2 \text{ dalam lapisan yang terbentuk} \\ &= \frac{91,224}{123,222} \times 20\% \\ &\approx 15\%\end{aligned}$$

∴ Kadar Zr dalam lapisan yang terbentuk sebesar 15%.

Berikut merupakan data perubahan massa sampel dan perhitungan kadar Zr dalam lapisan yang terbentuk pada eksperimen.

Tabel 1. Data massa grafit dan perubahan massa setelah pelapisan serta perlakuan panas

T (°C)	m_0 (g)	m_1 (g)	m_2 (g)
850	0,5404	0,5529	0,5918
900	0,5025	0,5327	0,6734
950	0,9250	0,9380	1,1580
900 (30mnt)	0,9232	0,9408	1,0076

Tabel 2. Hasil perhitungan kadar Zr

T (°C)	Δm_{01}	m_Z	Δm_{12}	% m_Z	%Z
850	0,0125	0,0104	0,0514	20%	15%
900	0,0302	0,0252	0,1709	15%	11%
950	0,0130	0,0108	0,2330	5%	4%
900 (30mnt)	0,0176	0,014667	0,0844	17%	13%

Keterangan tabel:

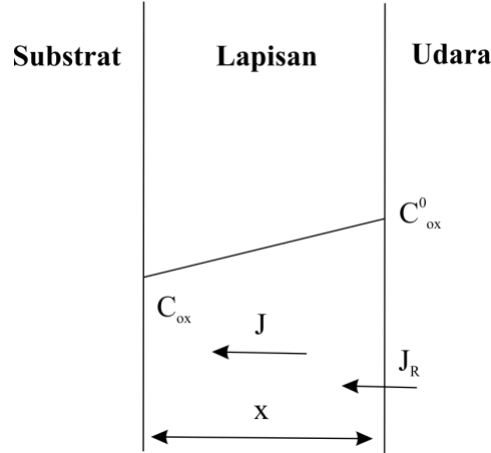
- T = temperatur
- m_0 = massa grafit awal
- m_1 = massa sesudah dilapisi ZrO_2
- m_2 = massa setelah perlakuan panas
- Δm_{01} = perubahan massa sesudah dilapisi ZrO_2
- Δm_{12} = perubahan massa setelah perlakuan panas
- m_Z = massa ZrO_2 dalam pelapis
- % m_Z = persen massa ZrO_2 dalam lapisan yang terbentuk
- %Z = kadar Zr dalam lapisan yang terbentuk

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN B

Model Pertumbuhan Lapisan Oksida

Difusi oksigen dalam lapisan, menurut hukum pertama Fick dapat dituliskan dan digambarkan dalam skema berikut ini.



Gambar 1. Skema model pertumbuhan lapisan oksida.

$$J = -D \frac{dC}{dx} \approx D \frac{C_{ox}^0 - C_{ox}}{x} \dots (1)$$

Dimana x adalah ketebalan lapisan yang terbentuk, D merupakan koefisien difusi dari oksigen dalam lapisan, C_{ox}^0 merupakan konsentrasi oksigen pada permukaan lapisan dan C_{ox} merupakan konsentrasi oksigen di permukaan substrat.

Reaksi antara oksigen dan titanium dalam pembentukan lapisan titanium oksida terjadi pada permukaan lapisan. Laju reaksi bergantung pada konsentrasi oksigen dan titanium pada permukaan dinyatakan:

$$J_R = k_R C_{ox} C_{Ti} \dots (2)$$

Dengan k_r merupakan konstanta reaksi di permukaan lapisan, C_{ox} dan C_{Ti} berturut-turut merupakan konsentrasi dari oksigen dan titanium pada lapisan permukaan. Diasumsikan konsentrasi titanium dalam lapisan besarnya sama sehingga $C_{Ti} \cong C_{Ti}^0 = \text{konstan}$.

Ketika kondisi tunak telah tercapai maka laju difusi oksigen dalam lapisan sama dengan laju reaksi atau dapat dituliskan:

$$J = J_R \dots (3)$$

Kemudian substitusi persamaan 1 dan 2 kedalam persamaan 3 diperoleh:

$$\begin{aligned} D \frac{C_{ox}^0 - C_{ox}}{x} &= k_R C_{ox} C_{Ti} \\ \frac{DC_{ox}^0}{x} - \frac{DC_{ox}}{x} &= k_R C_{ox} C_{Ti} \\ \frac{DC_{ox}^0}{x} &= k_R C_{ox} C_{Ti} + \frac{DC_{ox}}{x} \\ \frac{DC_{ox}^0}{x} &= \left(k_R C_{Ti} + \frac{D}{x} \right) C_{ox} \\ \frac{1}{\left(k_R C_{Ti} + \frac{D}{x} \right)} \frac{DC_{ox}^0}{x} &= C_{ox} \\ \left[\frac{DC_{ox}^0}{(k_R C_{Ti} x + D)} \right] \frac{1}{\frac{1}{D}} &= C_{ox} \\ C_{ox} &= \frac{C_{ox}^0}{1 + \frac{k_R C_{Ti} x}{D}} \dots (4) \end{aligned}$$

Kemudian menurut (Yin et al., 2005) laju perubahan ketebalan lapisan terhadap waktu oksidasi dapat dirumuskan sebagai berikut.

$$\frac{dx}{dt} = \frac{J_R}{N} = \frac{k_R C_{ox}^0 C_{Ti}^0}{N \left(1 + \frac{x k_R C_{Ti}^0}{D} \right)} \dots (5)$$

Dimana N merupakan banyaknya atom oksigen yang diperlukan dalam satu unit volume titanium oksida.

Adapun hubungan ketebalan dan massa lapisan dapat dirumuskan.

$$\Delta m = \rho A \Delta x$$

Dengan ρ dan A berturut-turut merupakan densitas TiO_2 dan luas permukaan sampel yang teroksidasi. Pada proses ini diasumsikan ρA konstan. Sehingga:

$$dm = \rho A dx \dots (6)$$

Maka persamaan 5 menjadi:

$$\frac{1}{\rho A} \frac{dm}{dt} = \frac{k_R C_{ox}^0 C_{Ti}^0}{N \left(1 + \frac{m k_R C_{Ti}^0}{\rho A D} \right)}$$

$$\frac{1}{\rho A} \frac{N}{k_R C_{ox}^0 C_{Ti}^0} \left(1 + \frac{m k_R C_{Ti}^0}{\rho A D} \right) dm = dt$$

$$\left(\frac{1}{\rho A} \frac{N}{k_R C_{ox}^0 C_{Ti}^0} + \frac{1}{(\rho A)^2} \frac{N}{D C_{ox}^0} m \right) dm = dt \dots (7)$$

Selanjutnya mengintegrasikan persamaan 7, maka diperoleh:

$$\int \left(\frac{1}{\rho A} \frac{N}{k_R C_{ox}^0 C_{Ti}^0} + \frac{1}{(\rho A)^2} \frac{N}{D C_{ox}^0} m \right) dm = \int dt$$

$$\frac{1}{\rho A} \frac{N}{k_R C_{ox}^0 C_{Ti}^0} m + \frac{1}{(\rho A)^2} \frac{N}{D C_{ox}^0} \frac{m^2}{2} = t + n$$

$$\frac{m^2}{K} + \frac{m}{L} = t + n \dots (8)$$

Dimana n merupakan konstanta dan berturut-turut K serta L sebagai berikut.

$$K = \frac{2 D C_{ox}^0}{N} (\rho A)^2 ; L = \frac{k_R C_{ox}^0 C_{Ti}^0}{N} \rho A$$

Persamaan 8 mengindikasikan bahwa perubahan massa lapisan sebagai fungsi waktu oksidasi mengikuti prinsip linear-parabolik. Sehingga solusi persamaan tersebut.

$$\frac{m^2}{K} + \frac{m}{L} - (t + n) = 0$$

Solusi persamaan kuadrat diperoleh dari:

$$m = \frac{-b \pm \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a}$$

Dengan $a = \frac{1}{K}$; $b = \frac{1}{L}$ dan $c = -(t + n)$

Maka:

$$m = \frac{-\frac{1}{L} \pm \sqrt{\frac{1}{L^2} - 4 \frac{1}{K} [-(t + n)]}}{2 \frac{1}{K}}$$

Karena pertumbuhan lapisan oksida tidak mungkin negatif maka diambil solusi positif.

$$m = \frac{-\frac{1}{L} + \sqrt{\frac{1}{L^2} \left[1 + \frac{4L^2}{K} (t + n) \right]}}{\frac{2}{K}}$$

$$m = \frac{-\frac{1}{L} + \frac{1}{L} \left[1 + \frac{4L^2}{K} (t + n) \right]^{\frac{1}{2}}}{\frac{2}{K}}$$

$$m = \frac{K}{2L} \left\{ -1 + \left[1 + \frac{4L^2}{K} (t + n) \right]^{\frac{1}{2}} \right\}$$

$$m = \frac{K}{2L} \left[1 + \frac{4L^2}{K} (t + n) \right]^{\frac{1}{2}} - \frac{K}{2L}$$

$$m = \left[\frac{K^2}{4L^2} + \frac{K^2}{4L^2} \cdot \frac{4L^2}{K} (t + n) \right]^{\frac{1}{2}} - \frac{K}{2L}$$

$$m = \left[\frac{K^2}{4L^2} + K(t + n) \right]^{\frac{1}{2}} - \frac{K}{2L} \dots (9)$$

Untuk untuk proses oksidasi lama ($t \gg n$ dan $t \gg K/4L^2$), maka persamaan 9 menjadi:

$$m \approx (Kt)^{1/2} \dots (10)$$

Persamaan 10 merupakan persamaan pertumbuhan lapisan oksida mendekati fungsi parabolik dengan K merupakan konstanta laju difusi oksigen.

LAMPIRAN C

Data COD (*Crystallography Open Database*) Sampel

1. Data COD α -titanium

```
data_9008517
loop_
  _publ_author_name
  'Wyckoff, R. W. G.'
  _publ_section_title
  ;
  Second edition. Interscience Publishers, New York, New
  York
  Hexagonal closest packed, hcp, structure
  ;
  _journal_name_full 'Crystal Structures'
  _journal_page_first 7
  _journal_page_last 83
  _journal_volume 1
  _journal_year 1963
  _chemical_formula_sum Ti
  _chemical_name_common Titanium
  _space_group_IT_number 194
  _symmetry_space_group_name_Hall '-P 6c 2c'
  _symmetry_space_group_name_H-M 'P 63/m m c'
  _cell_angle_alpha 90
  _cell_angle_beta 90
  _cell_angle_gamma 120
  _cell_length_a 2.950
  _cell_length_b 2.950
  _cell_length_c 4.686
  _cell_volume 35.316
  _exptl_crystal_density_diffn 4.503
  _cod_database_code 9008517

Ti 0.33333 0.66667 0.25000
```

2. Data COD titanium karbida

```
data_9008747
loop_
  _publ_author_name
  'Wyckoff, R. W. G.'
  _publ_section_title
  ;
  Second edition. Interscience Publishers, New York,
  New York
  rocksalt structure
  ;
  _journal_name_full 'Crystal Structures'
  _journal_page_first 85
  _journal_page_last 237
```

```

_journal_volume 1
_journal_year 1963
_chemical_formula_structural TiC
_chemical_formula_sum 'C Ti'
_space_group_IT_number 225
_symmetry_space_group_name_Hall '-F 4 2 3'
_symmetry_space_group_name_H-M 'F m -3 m'
_cell_angle_alpha 90
_cell_angle_beta 90
_cell_angle_gamma 90
_cell_length_a 4.3186
_cell_length_b 4.3186
_cell_length_c 4.3186
_cell_volume 80.543
_exptl_crystal_density_diffn 4.939
_cod_original_sg_symbol_H-M 'F m 3 m'
_cod_original_formula_sum 'Ti C'
_cod_database_code 9008747

Ti 0.00000 0.00000 0.00000
C 0.50000 0.50000 0.50000

```

3. Data COD titanium oksida (*rutile*)

```

COL ICSD Collection Code 64987
DATE Recorded Jun 26, 1998
NAME Titanium oxide
MINR Rutile
FORM Ti O2
= O2 Ti
TITL Electron-density distribution in rutile crystals
REF Acta Crystallographica B (24,1968-38,1982)
ACBCA 31 (1975) 1981-1982
AUT Shintani H, Satoŷ, Saitoŷ
CELL a=4.584(0) b=4.584(0) c=2.953(0) à=90.0 á=90.0 ç=90.0
V=62.1 D=4.26 Z=2
SGR P 42/m n m (136) - tetragonal
CLAS 4/mmm (Hermann-Mauguin) - D4h (Schoenflies)
PRS tP6
ANX AX2
PARM Atom_No OxStat Wyck -----X-----Y-----Z--
--- -SOF-
Ti 1 4.000 2a 0. 0. 0.
O 1 -2.000 4f 0.30493(7) 0.30493(7) 0.
WYCK f a
ŷ
TF Atom U(1,1) U(2,2) U(3,3) U(1,2) U(1,3) U(2,3)
Ti 1 0.0070 0.0070 0.0047 -0.0002 0.0000 0.0000
(0) (0) (0) (0)
O 1 0.0060 0.0060 0.0045 -0.0019 0.0000 0.0000
(1) (1) (1) (1)
REM M PDF 21-1276, 299 data, also used for 31330
RVAL 0.016
TEST Calculated density unusual but tolerable. (Code 23)

```

```

COL ICSD Collection Code 85495
DATE Recorded Jun 2, 1999
NAME Titanium oxide
MINR Rutile - synthetic
MINR Rutile group
FORM Ti O2
= O2 Ti
TITL Single crystal X-ray diffraction study on the bond
compressibility
of fayalite, Fe2 Si O4 and rutile, Ti O2 under high
pressure
REF Physica B and C (Netherland) (79,1975- 151,1987)
PHBCD 139 (1986) 333-336
AUT Kudoh Y, Takeda Y
CELL a=4.517(2) b=4.517(2) c=2.940(3) à=90.0 á=90.0 ç=90.0
V=60.0 Z=2
SGR P 42/m n m (136) - tetragonal
CLAS 4/mmm (Hermann-Mauguin) - D4h (Schoenflies)
PRS tP6
ANX AX2
PARM Atom__No OxStat Wyck -----X-----Y-----Z--
--- -SOF-
Ti 1 4.000 2a 0. 0. 0.
O 1 -2.000 4f 0.3076(42) 0.3076(42) 0.
WYCK f a
ITF Ti 1 B=0.07(13)
ITF O 1 B=0.77(47)
REM PRE 8600
RVAL 0.118
TEST At least one temperature factor is implausible or
meaningless but
agrees with the value given in the paper. (Code 52)

```

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN D

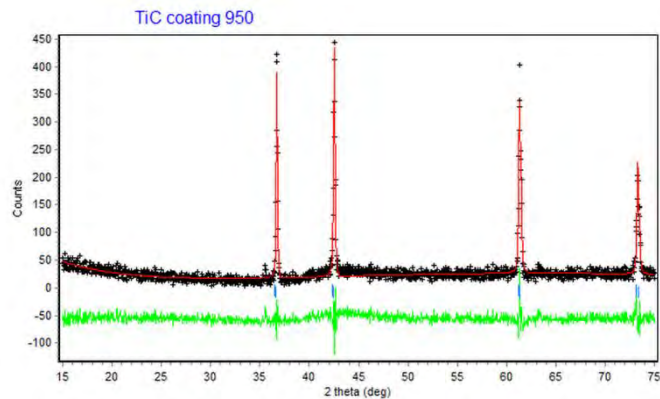
Hasil Analisis *Refinement* Rietveld dengan Rietica

Sampel : A_950
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.301868 \pm 0.000348$
 $b = 4.301868 \pm 0.000348$
 $c = 4.301868 \pm 0.000348$
Volume sel (\AA^3) : 79.610687 ± 0.011157

Parameter Kecocokan

GOF = 0.1383E+01
Rp = 18.28
Rwp = 17.59
R-Bragg Factor = 0.02

Plotting grafik

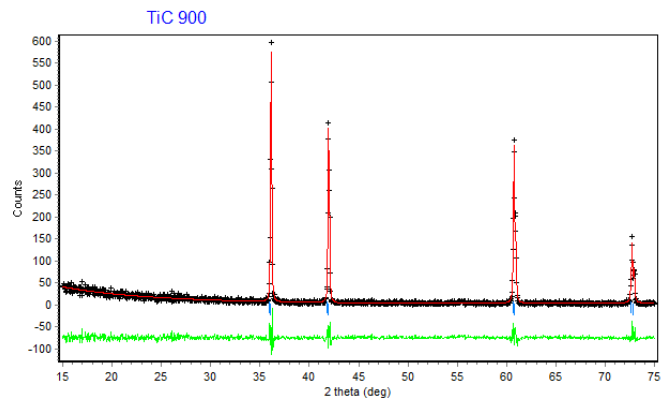


Sampel : A_900
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.314898 \pm 0.000195$
 $b = 4.314898 \pm 0.000195$
 $c = 4.314898 \pm 0.000195$
Volume sel (\AA^3) : 80.336288 ± 0.006291

Parameter Kecocokan

GOF = 0.2464E-01
Rp = 19.87
Rwp = 14.02
R-Bragg Factor = 0.23

Plotting grafik

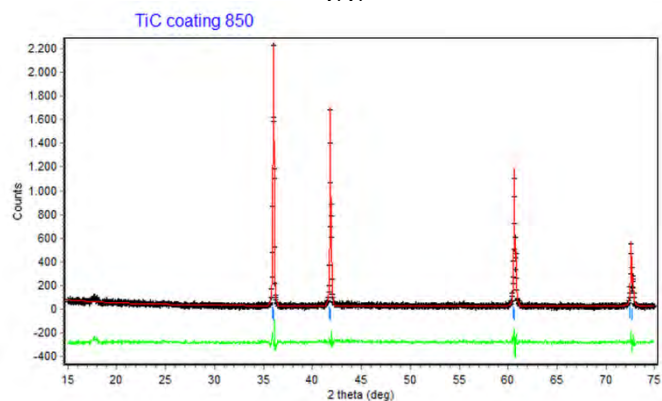


Sampel : A_850
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.315960 \pm 0.000089$
 $b = 4.315960 \pm 0.000089$
 $c = 4.315960 \pm 0.000089$
Volume sel (\AA^3) : 80.395584 ± 0.002885

Parameter Kecocokan

GOF = $0.1184\text{E}+00$
Rp = 13.52
Rwp = 10.03
R-Bragg Factor = 0.02

Plotting grafik



Sampel : Serbuk titanium awal
Metode : Le Bail
Fase : α -Ti
Struktur : HCP (*Hexagonal Close-Packed*)
Parameter kisi (\AA) : $a = 2.950619 \pm 0.000353$
 $b = 2.950619 \pm 0.000353$

$c = 4.685490 \pm 0.000560$

Volume sel (\AA^3) : 35.327415 ± 0.007318

Parameter Kecocokan

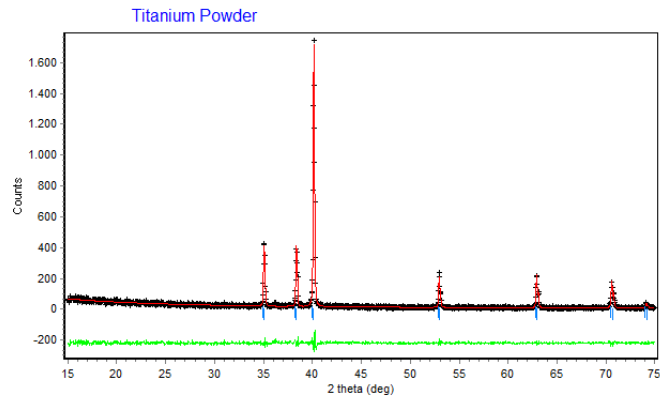
GOF = $0.5237\text{E}-01$

Rp = 14.07

Rwp = 9.45

R-Bragg Factor = 0.72

Plotting grafik



Sampel : **B_950**

Metode : Le Bail

Fase : Paduan Ti-Zr

Struktur : HCP (*Hexagonal Close-Packed*)

Parameter kisi (\AA) : $a = 2.951514 \pm 0.000099$

$b = 2.951514 \pm 0.000099$

$c = 4.689489 \pm 0.000389$

Volume sel (\AA^3) : 35.379025 ± 0.003380

Parameter Kecocokan

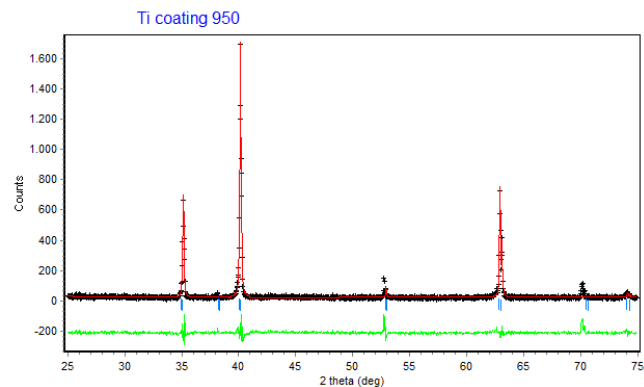
GOF = $0.7002\text{E}-01$

Rp = 17.18

Rwp = 11.83

R-Bragg Factor = 0.00

Plotting grafik

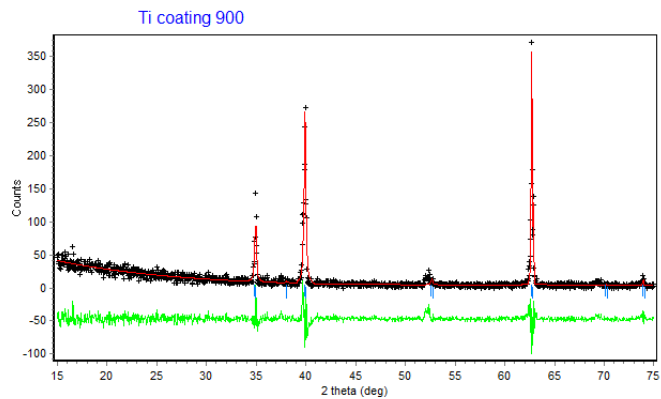


Sampel : B_900
Metode : Le Bail
Fase : Paduan Ti-Zr
Struktur : HCP (*Hexagonal Close-Packed*)
Parameter kisi (Å) : $a = 2.954015 \pm 0.000371$
 $b = 2.954015 \pm 0.000371$
 $c = 4.704279 \pm 0.002199$
Volume sel (Å³) = 35.550781 ± 0.017779

Parameter Kecocokan

GOF = $0.3156E-01$
Rp = 24.15
Rwp = 20.91
R-Bragg Factor = 1.24

Plotting grafik



Sampel : B_850
Metode : Le Bail
Fase : Paduan Ti-Zr
Struktur : HCP (*Hexagonal Close-Packed*)
Parameter kisi (Å) : $a = 2.956109 \pm 0.000207$
 $b = 2.956109 \pm 0.000207$
 $c = 4.725064 \pm 0.000339$
Volume sel (Å³) = 35.758484 ± 0.004370

Parameter Kecocokan

GOF = $0.1150E+00$
Rp = 16.34
Rwp = 17.26
R-Bragg Factor = 0.17

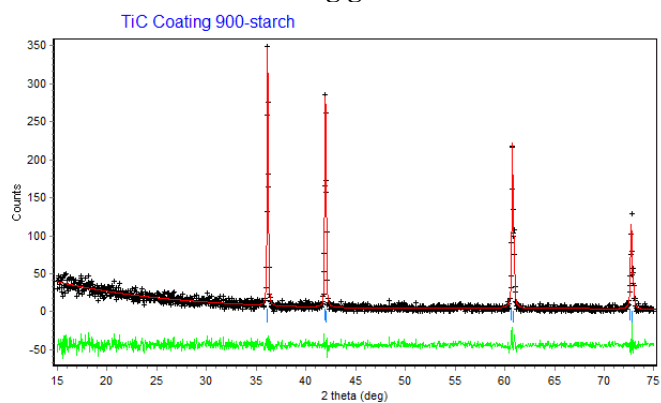
Plotting grafik

Sampel : C_900
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (Å) : $a = 4.313989 \pm 0.001346$
 $b = 4.313989 \pm 0.001346$
 $c = 4.313989 \pm 0.001346$
Volume sel (Å³) : 80.285477 ± 0.043389

Parameter Kecocokan

GOF = $0.2147\text{E-}01$
Rp = 19.89
Rwp = 16.46
R-Bragg Factor = 0.01

Plotting grafik

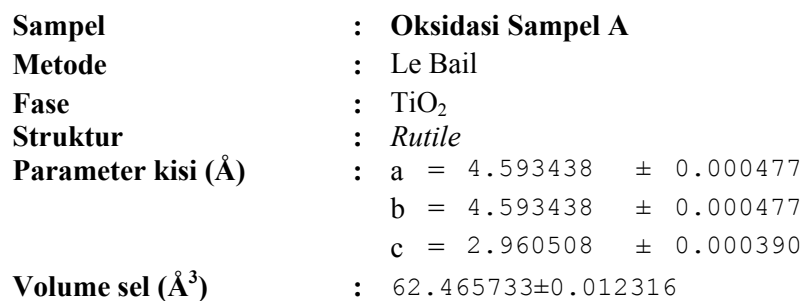


Sampel : C_850
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (Å) : $a = 4.317466 \pm 0.000256$
 $b = 4.317466 \pm 0.000256$
 $c = 4.317466 \pm 0.000256$
Volume sel (Å³) : 80.479797 ± 0.008275

Parameter Kecocokan

GOF = $0.1257\text{E+}00$
Rp = 11.90
Rwp = 9.38
R-Bragg Factor = 0.04

Plotting grafik

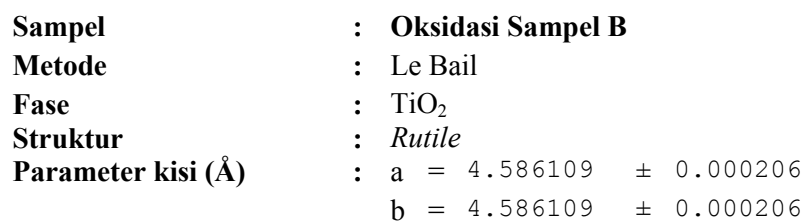


GOF = 0.3604E-01

$$R_p = 17.85$$
$$R_{wp} = 17.57$$

R-Bragg Factor = 0.01

TiO₂



$$c = 2.954329 \pm 0.000153$$

$$\text{Volume sel (\AA}^3\text{)} : 62.136612 \pm 0.005099$$

Parameter Kecocokan

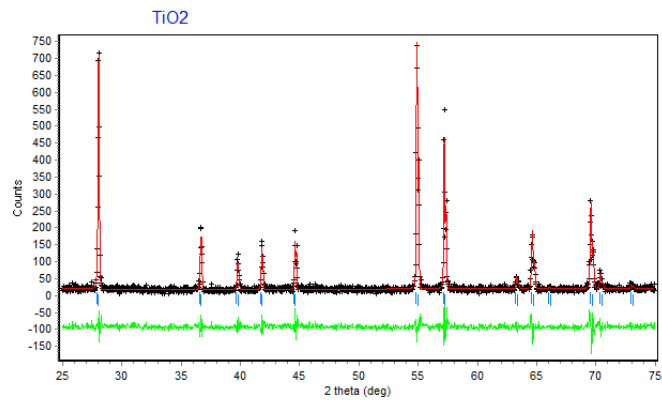
$$\text{GOF} = 0.3539\text{E-}01$$

$$\text{Rp} = 17.74$$

$$\text{Rwp} = 11.82$$

$$\text{R-Bragg Factor} = 0.14$$

Plotting grafik



BAB 5

KESIMPULAN

Berdasarkan eksperimen yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut.

- Sampel grafit tanpa dispersi ZrO_2 terdeteksi memiliki fase lapisan yang sama dengan grafit dengan dispersi tepung tapioka yakni TiC; sebagai hasil reaksi karbon dengan titanium. Akan tetapi adanya tepung tapioka di permukaan grafit menyebabkan difusi karbon terhambat sehingga lapisan yang terbentuk sangat tipis.
- Peranan ZrO_2 dalam proses pelapisan grafit adalah adanya ion Zr yang reaktif terhadap Ti sehingga terbentuk lapisan paduan Ti-Zr.
- Uji oksidasi pada temperatur 1000°C di udara selama 20 menit menunjukkan bahwa lapisan TiC dan paduan Ti-Zr mengalami oksidasi membentuk TiO_2 (*rutile*). Perubahan massa kedua lapisan terhadap waktu oksidasi terjadi secara parabolik. Berdasarkan persamaan $m \approx (Kt)^{1/2}$ dan regresi grafik $\Delta m \text{ vs } t^{\frac{1}{2}}$ maka diperoleh besar laju oksidasi lapisan TiC: $k_p = 1,20 \text{ g}^2/\text{s}$, sedangkan laju oksidasi lapisan paduan Ti-Zr: $k_p = 0,87 \text{ g}^2/\text{s}$. Sehingga dapat dikatakan lapisan paduan Ti-Zr memiliki ketahanan oksidasi lebih baik daripada ketahanan oksidasi lapisan TiC.

~~Halaman ini sengaja dikosongkan~~

DAFTAR PUSTAKA

- Agustinawati, D., Suasmoro, S., 2014. Analisa XRD dan SEM pada Lapisan Tipis TiC setelah Uji Oksidasi. *J. Sains Dan Seni ITS* 3, B30–B32.
- Aliprandi, G., 1979. *Matériaux Réfractaires Et Céramiques Techniques.: Tome 1 éléments De Céramurgie Et De Technologie*. Editions Septima.
- Basu, B., Kantesh, B., 2011. *Advance Structural Ceramics*. John Wiley & Sons, Inc, New Jersey.
- Becker, P., Glenk, F., Kormann, M., Popovska, N., Etzold, B.J.M., 2010. Chlorination of titanium carbide for the processing of nanoporous carbon: A kinetic study. *Chem. Eng. J.* 159, 236–241.
doi:10.1016/j.cej.2010.02.011
- Callister, W.D., Rethwisch, D.G., 2001. *Materials Science and Engineering An Introduction*, Eighth. ed. John Wiley & Sons, Inc, United States of America.
- Chen, K., 2013. Bonding Characteristics of TiC and TiN. *Model. Numer. Simul. Mater. Sci.* 3, 7–11. doi:10.4236/mnsmms.2013.31002
- Chen, Y., Zhang, H., Ma, D., Ma, J., Ye, H., Qian, G., Ye, Y., 2011. Synthesis, thermal stability, and photocatalytic activity of nanocrystalline titanium carbide. *Mater. Res. Bull.* 46, 1800–1803.
doi:10.1016/j.materresbull.2011.07.042
- Chiang, Y.M., Birnie, D.P., Kingery, W.D., 1997. *Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering*. John Wiley & Sons, Inc, New York.
- Ciniviz, M., Sahir, M., Canl, E., Kse, H., Solmaz, zgr, 2012. *Ceramic Coating Applications and Research Fields for Internal Combustion Engines*, in: Shi, F. (Ed.), *Ceramic Coatings - Applications in Engineering*. InTech.
- Correa, D.R.N., Vicente, F.B., Donato, T.A.G., Arana-Chavez, V.E., Buzalaf, M.A.R., Grandini, C.R., 2014. The effect of the solute on the structure, selected mechanical properties, and biocompatibility of Ti–Zr system alloys for dental applications. *Mater. Sci. Eng. C* 34, 354–359.
doi:10.1016/j.msec.2013.09.032

- Foster, A.S., Sulimov, V.B., Lopez Gejo, F., Shluger, A.L., Nieminen, R.M., 2002. Modelling of point defects in monoclinic zirconia. *J. Non-Cryst. Solids* 303, 101–107. doi:10.1016/S0022-3093(02)00974-2
- Gutmanas, E.Y., Gotman, I., Kaysser, W., 1992. Coating of non-oxide ceramics by interaction with metal powders. *Mater. Sci. Eng. A* 157, 233–241. doi:10.1016/0921-5093(92)90030-5
- <https://en.wikipedia.org/wiki/Refractory>
- <https://en.wikipedia.org/wiki/Titanium>
- Kobayashi, M., Doi, Y., 1978. TiN and TiC coating on cemented carbides by ion plating. *Thin Solid Films* 54, 67–74. doi:10.1016/0040-6090(78)90278-X
- Leng, Y., 2009. *Materials Characterization: Introduction to Microscopic and Spectroscopic Methods*. John Wiley & Sons.
- López-Romero, S., Chávez-Ramírez, J., 2007. Synthesis of TiC thin films by CVD from toluene and titanium tetrachloride with nickel as catalyst. *Matér. Rio Jan.* 12, 487–493. doi:10.1590/S1517-70762007000300009
- Motojima, S., Mizatani, H., 1990. Preparation of TiC films by photochemical vapour deposition using a D2 lamp. *Thin Solid Films* 186, L17–L20. doi:10.1016/0040-6090(90)90516-G
- Nugroho, S., Umardhani, Y., 2011. Karakterisasi Material Refraktori Basa Berbahan Dasar Magnesia (MgO) Guna Lining Tungku Induksi Pengecoran Baja Di PT X Klaten. *Pros. Semin. Nas. Sains Dan Teknol. Fak. Tek.* 1.
- Perez, R.A., Nakajima, H., Dymont, F., 2003. Diffusion in α -Ti and Zr. *Mater. Trans.* 44, 2–13. doi:10.2320/matertrans.44.2
- Pieraggi, B., 1987. Calculations of parabolic reaction rate constants. *Oxid. Met.* 27, 177–185. doi:10.1007/BF00667057
- Pierson, H.O., 1996. *Handbook of Refractory Carbides and Nitrides*. Noyes Publication, New Jersey.
- Qi, Q., Zhang, W.Z., Shi, L.Q., Zhang, W.Y., Zhang, W., Zhang, B., 2012. Preparation of single-crystal TiC (111) by radio frequency magnetron sputtering at low temperature. *Thin Solid Films* 520, 6882–6887.

doi:10.1016/j.tsf.2012.07.040

- Saba, F., Raygan, S., Abdizadeh, H., Dolatmoradi, A., 2013. Preparing TiC coating on AISI D2 steel using mechanical milling technique. *Powder Technol.* 246, 229–234. doi:10.1016/j.powtec.2013.05.031
- Suasmoro, S., Zainuri, M., Agustinawati, D., Rahmawati, F.A., Budiana, B., Nadliriyah, N., 2012. Pelapisan Grafit dengan Titanium Karbida dengan Metoda PIRAC (Powder Immersion Reaction Assisted Coating), in: *Prosiding InSINas 2012*.
- Suda, Y., Kawasaki, H., Doi, K., Hiraishi, S., 2000. Formation and properties of TiC thin films by pulsed Nd/YAG laser deposition. *Thin Solid Films, Proceedings of the 2nd International Workshop on Basic Aspects of Non-equilibrium Plasmas Interacting with Surfaces (BANPIS 2000)* 374, 282–286. doi:10.1016/S0040-6090(00)01166-4
- Trethewey, K.R., Chamberlain, J., 1991. *Korosi. Sains & Rekayasa*. PT Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Yin, X., Gotman, I., Klinger, L., Gutmanas, E.Y., 2005. Formation of titanium carbide on graphite via powder immersion reaction assisted coating. *Mater. Sci. Eng. A* 396, 107–114. doi:10.1016/j.msea.2005.01.011

~~Halaman ini sengaja dikosongkan~~

BIOGRAFI PENULIS



Penulis tesis berjudul “Peranan ZrO_2 terhadap Pelapisan Grafit dengan Serbuk Titanium melalui Metode PIRAC dan Ketahanan Oksidasinya pada 1000°C di Udara” adalah mahasiswa Program Magister Jurusan Fisika angkatan 2014 bernama Farah Aulia Rahmawati yang akrab disapa “Farah”. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara yang lahir di Pasuruan 27 Juni 1992. Riwayat pendidikan formal yang telah penulis tempuh antara lain: SDN 1 Gondangwetan (1998), SMPN 1 Gondangwetan (2004) dan SMAN 1 Pasuruan (2007) serta S1 Fisika ITS (2010). Pada tahun 2014, penulis mendapatkan beasiswa Fresh Graduate dari DIKTI untuk melanjutkan studi S2 di Jurusan Fisika ITS.

Sejak pendidikan S1 hingga sekarang, penulis bergabung dalam tim riset di laboratorium keramik dalam grup pelapisan grafit. Adapun riset tugas akhir penulis berjudul “Pelapisan Grafit dengan Titanium Karbida melalui Metode PIRAC; Karakterisasi XRD dan SEM”. Selain itu, penulis juga aktif dalam berbagai forum ilmiah antara lain: Seminar Nasional Magnet (SNM 2011) di Surabaya sebagai peserta, Simposium Fisika Nasional XXVI di Malang sebagai peserta, Pekan Ilmiah Mahasiswa Nasional XXVII (PIMNAS ke-27) di Semarang dan *The 6th Asian Physics Symposium* (APS 2015) di Bandung sebagai pemakalah.

Farah Aulia R.
fayaulia26@gmail.com